



# Microsystèmes durables de mesures de concentration d'hydrogène utilisant des micropoutres sans couche sensible

Mohand-Tayeb Boudjiet

## ► To cite this version:

Mohand-Tayeb Boudjiet. Microsystèmes durables de mesures de concentration d'hydrogène utilisant des micropoutres sans couche sensible. Electronique. Université de Bordeaux, 2015. Français. NNT : 2015BORD0137 . tel-01223146

**HAL Id: tel-01223146**

**<https://theses.hal.science/tel-01223146>**

Submitted on 2 Nov 2015

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE

Présentée à

**L'UNIVERSITE DE BORDEAUX**

ÉCOLE DOCTORALE DE SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR

par **Mohand-Tayeb BOUDJIET**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

**DOCTEUR**

SPÉCIALITÉ : ÉLECTRONIQUE

\*\*\*\*\*

## **MICROSYSTÈMES DURABLES DE MESURES DE CONCENTRATION D'HYDROGÈNE UTILISANT DES MICROPOUTRES SANS COUCHE SENSIBLE**

\*\*\*\*\*

**Soutenue le : 11 septembre 2015**

### ***Après avis des rapporteurs :***

M. Daniel ALQUIER.....	Professeur à l'Université de Tours	.....Rapporteur
M <sup>me</sup> . Gaëlle LISSORGUES.....	Professeur à L'ISIEE	.....Rapporteur

### ***Devant la commission d'examen composée de :***

M. Kamal YUCEF-TOUMI...	Professeur au Massachusetts Institute of Technology, USA	.....Président
M. Johan BERTRAND.....	Ingénieur R&D, Andra	.....Examineur
M. Lionel BUCHAILLOT.....	Directeur de Recherche CNRS, IEMN	.....Examineur
M. Liviu NICU.....	Directeur de Recherche CNRS, LAAS	.....Examineur
M. Claude PELLET.....	Professeur à l'Université de Bordeaux	.....Codirecteur de thèse
M <sup>me</sup> . Isabelle DUFOUR.....	Professeur à l'Université de Bordeaux	.....Directrice de thèse



## RÉSUMÉ

Ces travaux de thèse tentent de répondre à un besoin de surveillance fiable et durable de la concentration d'hydrogène dans un environnement radioactif. Dans ces travaux, nous proposons l'étude et le développement d'un capteur physique d'hydrogène à base de micropoutres résonantes en silicium. La particularité de ce type de capteur vient du fait qu'il ne contient pas de couche sensible et est donc moins sujet au vieillissement que les capteurs chimiques à base de couche sensibles. Compte tenu de la faible masse volumique de l'hydrogène par rapport à celle de l'air et de la bonne sensibilité des micropoutres résonantes aux propriétés physiques du gaz environnant (masse volumique et viscosité), l'utilisation de micropoutres résonantes pour le suivi de la concentration de l'hydrogène dans l'air est tout à fait possible.

L'objectif de ces travaux de recherche est l'amélioration de la sensibilité et de la limite de détection de ce type de capteur. Tout d'abord, une étude des méthodes de suivi de faibles variations de la fréquence de résonance a été effectuée. Ceci a permis de déterminer la méthode ayant le meilleur rapport signal sur bruit, permettant ainsi d'améliorer la limite de détection en termes de variation de fréquence de résonance. Dans une seconde partie, une étude de l'influence de la géométrie et des dimensions sur la sensibilité vis-à-vis des variations de la masse volumique du gaz environnant a été réalisée. A l'issue de cette étude, des critères géométriques et dimensionnels permettant l'optimisation de la sensibilité ont été dégagés.

D'autres aspects visant à améliorer les performances (sensibilité et limite de détection) de ces capteurs ont été étudiés, comme l'influence du courant d'actionnement et des tensions de polarisation (actionnement électromagnétique et détection piézorésistive) et l'utilisation des modes supérieurs de résonance. Par ailleurs, l'étude de l'influence des paramètres environnementaux (température et pression) sur le comportement des micropoutres résonantes a été établie.

**Mots clés :** MEMS ; micropoutres ; capteurs d'hydrogène ; mesure de masse volumique de gaz ; mesure de viscosité de gaz.



***Title :* SUSTAINABLE MICROSYSTEMS FOR HYDROGEN CONCENTRATION  
MEASUREMENTS USING UNCOATED MICROCANTILEVERS**

**ABSTRACT**

These PhD research tries to meet a need for a reliable and a sustainable hydrogen concentration monitoring in a radioactive environment. In this work, we propose the study and development of resonant silicon microcantilever-based physical hydrogen sensors. The special feature of this sensor is that it does not contain any sensitive and consequently the reliability is improved, compared to devices with sensitive coating. In view of the low density of hydrogen compared to that of air, and the good sensitivity of a resonant microcantilever to the physical properties of the surrounding gas (density and viscosity), the use of vibrating uncoated microcantilever for monitoring hydrogen concentration in air is therefore possible.

The objective of this research is to improve the sensitivity and the limit of detection of such sensors. First of all, a study of methods for monitoring small changes in resonant frequency has been conducted in order to determine the method having the best signal to noise ratio, thus, allowing improvement of its resolution in terms of resonant frequency variation measurement. In a second part, a study of the influence of microcantilever geometries and dimensions on their sensitivity to the gas density variation has been performed. As a result, geometrical and dimensional criteria for optimizing the sensitivity to the gas density have been identified.

Other factors in a view of improving performance (sensitivity and detection limit) of vibrating microbeams have been studied, such as the influence of the actuating current and bias voltages (electromagnetic actuation and piezoresistive detection) and using high resonant modes. Furthermore, the study of the influence of environmental parameters (temperature and pressure) on the sensors behavior has been established.

***Key words :* MEMS ; microcantilevers ; hydrogen sensor; gas density sensor; gas viscosity sensor.**

*À mes chers parents, Mouloud et Hayat. Je ne vous vois que quelques semaines par an, mais je pense à vous chaque jour. Je vous aime.*

⊙: | | ξ x | ⊙: ⊙⊙ λ | . ♡ ⊙: λ λ . ⊙ | ⊙: ⊙⊙ λ, η: z o . o-ξ ⊙ λ . ⊙⊙ λ

*« Qu'importe la bordure du chemin emprunté, ça reste tout de même un chemin »... proverbe kabyle.*

## *REMERCIEMENTS*

Ce travail de thèse a été mené au laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système (IMS - UMR 5218) et financé par l'Agence Nationale pour la Gestion des Déchets Radioactifs (ANDRA), sous la direction d'Isabelle DUFOUR et la codirection de Claude PELLET, Professeurs à l'Université de Bordeaux. Je tiens à remercier tout d'abord Madame Isabelle DUFOUR pour son excellent encadrement et pour ses qualités humaines et scientifiques, pour son soutien et pour la confiance qu'elle a pu m'accorder. Je remercie également Monsieur Claude PELLET pour sa supervision, malgré ses engagements de directeur du laboratoire IMS.

Je remercie l'ANDRA pour avoir financé ces travaux de recherche ainsi que Johan Bertrand, ingénieur R&D à l'ANDRA, avec qui j'ai apprécié tous les échanges ayant lieu durant mon contrat et ayant permis l'avancement de ces travaux.

J'adresse mes remerciements au laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS-CNRS) et plus particulièrement à Livu NICU, Fabrice MATHIEU, Laurent MAZENQ, Thierry LEÏCHLÉ ainsi que tous ceux qui ont participé à la fabrication des micropoutres qui ont servi dans ces travaux de thèse.

Je tiens à remercier aussi l'ensemble des membres du groupe de recherche ORGANIQUE et plus particulièrement l'équipe PRIMS (PRInted Micro-electromechanical Systems) dont j'ai fait partie pendant trois ans et avec qui j'ai découvert le monde des microsystèmes électromécaniques. Je remercie particulièrement, Claude LUCAT, Hélène DEBEDA, Cédric AYELA, Damien THUAU ainsi que tous ceux qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de la thèse. Je remercie également les futurs docteurs : Hussein NESSER, Pierre-Henri DUCROT, Marcin KEILAR, Gildas LAURANS, William GREENBANK pour les discussions scientifiques et peu scientifiques que nous avons pu partager. J'exprime aussi mes remerciements à Lionel HIRSCH, Mamatimin ABBAS, Sylvain CHAMBON, Laurence VIGNAU et Pascal TARDY pour leur gentillesse.

Je remercie Stephen HEINRICH, Professeur à l'Université de Marquette aux USA, pour tous les échanges scientifiques qu'on a pu avoir, pour ses conseils éclairés, ses suggestions, son aide précieuse et sa collaboration fructueuse.

Je remercie les rapporteurs de ces travaux de thèse, Professeurs Gaëlle LISSORGUES et Daniel ALQUIER qui ont pris de temps de lire ce manuscrit (en période de vacances) et ont pu contribuer ainsi à son amélioration.

J'exprime mes remerciements et ma gratitude à M. Kamal YUCEF-TOUMI, professeur au MIT aux USA, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse. Je le remercie aussi pour ses conseils précieux, pour sa recette du poulet mariné aux herbes de provence, pour les discussions que l'on a partagées, mais aussi pour sa gentillesse et ses qualités humaines exceptionnelles.

Je remercie M. Lionel BUCHAILLOT, directeur de recherche CNRS, pour sa participation au jury de thèse et pour ses questions pertinentes.

Un grand merci à Liviu NICU, directeur de recherche CNRS, à la fois pour sa participation au jury de thèse, mais aussi pour notre collaboration. Je ne peux oublier son soutien et ses encouragements pendant et après la thèse.

Je remercie Serge DESTOR pour les diverses réalisations mécaniques, Jean-Luc LACHAUD pour ses conseils dans la réalisation des cartes électroniques, Fabrice MATHIEU pour avoir conçu les supports

de puce en PCB et Isabelle FAVRE pour avoir câblé les micropoutres sur les PCB. Je remercie également Jean-Yves DELETAGE pour ses conseils dans la soudure des composants et aussi pour m'avoir prêté son enceinte thermique pendant plus d'un mois grâce à laquelle j'ai pu faire les caractérisations thermiques de nos micropoutres.

Je ne peux remercier tous ce monde et oublier Simone DANG VAN, notre chère et aimable secrétaire. Je la remercie pour sa serviabilité, sa gentillesse, sa disponibilité et toutes ses petites friandises bien délicieuses.

Enfin, la liste n'est pas exhaustive, je remercie tous ceux et celles qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de ces travaux de recherche, même avec un geste, un mot ou un sourire.

Ces travaux de thèse sont dédiés à mes chers parents, Mouloud et Hayet, mes frères Lyes et Massinissa, mes grands-parents Belkacem (athirhem Rebbi), vava Youcef et imma Saliha.



## *TABLE DES MATIÈRES*

Introduction générale .....	15
<i>Chapitre 1 : Détection d'hydrogène, capteurs à base de micropoutres : État de l'art.....</i>	<i>19</i>
1.1 Introduction.....	24
1.2 Andra & projet Cigéo .....	24
1.3 Principales technologies pour la détection de l'hydrogène.....	25
1.3.1 Détection chimique .....	26
1.3.1.1 Capteurs catalytiques .....	27
1.3.1.2 Capteurs électrochimiques .....	28
1.3.1.3 Capteurs à oxydes métalliques (MOX).....	29
1.3.1.4 Capteurs à base de fibres optiques.....	30
1.3.1.5 Capteurs acoustiques avec couche sensible.....	32
1.3.2 Détection physique .....	33
1.3.2.1 Capteurs à conductivité thermique .....	33
1.3.2.2 Capteurs acoustiques sans couche sensible .....	34
1.3.2.3 Lidar à diffusion Raman .....	35
1.3.3 Comparaison des technologies .....	36
1.4 Capteurs à base de micropoutres.....	38
1.4.1 Micropoutres fonctionnalisées.....	39
1.4.1.1 Mode statique .....	39
1.4.1.2 Mode dynamique .....	40
1.4.2 Micropoutre résonante sans couche sensible : mesure des propriétés physiques des fluides 43	
1.4.2.1 Résonance propre dans le vide .....	44
1.4.2.2 Résonance forcée dans le fluide .....	45
1.4.2.3 Variation de la fréquence de résonance et du facteur de qualité .....	48
1.4.3 Actionnement électromagnétique .....	49
1.4.4 Détection piézorésistive .....	51
1.4.5 Sources de bruit dans les micropoutres.....	54
1.4.5.1 Bruit de Johnson.....	54
1.4.5.2 Bruit de Schottky .....	55
1.4.5.3 Bruit de Flicker.....	56
1.4.6 Oscillateurs à base de micropoutres.....	56
1.4.6.1 Oscillateur à boucle fermée.....	57

1.4.6.2	Résonateur à boucle à verrouillage de phase.....	58
1.5	Conclusion .....	59
1.6	Bibliographie .....	61
<i>Chapitre 2 : Méthodes de détermination de faibles variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité à partir des mesures spectrales .....</i>		69
2.1	Introduction.....	73
2.2	Motivations .....	73
2.3	Méthodes classiques de caractérisation .....	74
2.3.1	Suivi du décalage de la fréquence de résonance : $\Delta f_r$ .....	74
2.3.2	Méthode des -3 décibels pour la mesure du facteur de qualité : $\Delta Q_{-3dB}$ .....	75
2.4	Mesure des variations du gain (module et phase) à fréquences fixes .....	75
2.4.1	Variation du module à fréquence fixe : $\Delta G_{FF}$ .....	75
2.4.2	Variation de la phase à fréquence fixe : $\Delta P_{FF}$ .....	76
2.5	Approximations polynomiales et fits des spectres de module et de phase .....	77
2.5.1	Approximation parabolique du spectre du module du gain autour de la résonance : $\Delta f_{0G}$ , $\Delta Q_G$ .....	77
2.5.2	Approximation linéaire du spectre de la phase autour de la résonance : $\Delta f_{0P}$ , $\Delta Q_P$ .....	80
2.5.3	Fit du module et de la phase du gain par un système du second ordre : $\Delta f_{0S2O G}$ , $\Delta Q_{S2O G}$ , $\Delta f_{0S2O P}$ , $\Delta Q_{S2O P}$ .....	81
2.6	Etude des performances .....	82
2.6.1	Origines des données .....	82
2.6.2	Traitement des données.....	84
2.6.2.1	Méthodes classiques : $\Delta f_r$ et $\Delta Q_{-3dB}$ .....	84
2.6.2.2	Mesures des variations du module et de la phase à fréquences fixes : $\Delta G_{FF}$ et $\Delta P_{FF}$ .....	85
2.6.2.3	Mesures des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité à partir des équations des fits réalisés : $\Delta f_{0G}$ , $\Delta Q_G$ , $\Delta f_{0P}$ , $\Delta Q_P$ , $\Delta f_{0S2O G}$ , $\Delta Q_{S2O G}$ , $\Delta f_{0S2O P}$ , $\Delta Q_{S2O P}$ .....	86
2.6.3	Influence du rapport bande fréquentielle de mesure sur nombre de points de mesure .....	87
2.7	Couplage électrique dans les résonateurs .....	90
2.7.1	Diaphonie .....	90
2.7.2	Méthodes de découplage .....	92
2.7.3	Exemple d'un découplage par la méthode de Niedermayer .....	93
2.8	Conclusion .....	96
2.8	Bibliographie .....	98
<i>Chapitre 3 : Amélioration de la sensibilité des micropoutres aux variations de la masse volumique du gaz.....</i>		101

3.1	Introduction.....	105
3.2	Motivations .....	106
3.3	Dimensionnement des micropoutres .....	107
3.3.1	Sensibilité de la micropoutre à la masse volumique du gaz .....	107
3.3.2	Choix de la méthode d'actionnement et de détection .....	108
3.3.3	Choix des géométries.....	108
3.3.4	Emplacement des piézorésistances .....	110
3.4	Fabrication des micropoutres .....	111
3.5	Etude expérimentale de la sensibilité .....	112
3.5.1	Mise en œuvre .....	112
3.5.2	Influence de la géométrie .....	113
3.5.3	Influence des dimensions .....	114
3.5.3.1	Influence de l'épaisseur .....	115
3.5.3.2	Influence de la longueur et de la largeur .....	115
3.5.4	Confrontation entre les mesures et le modèle.....	116
3.5.5	Conclusion .....	118
3.6	Considérations électromécaniques pour l'amélioration des performances .....	119
3.6.1	Influence du courant d'actionnement et des tensions de polarisation.....	119
3.6.1.1	Courant d'actionnement.....	120
3.6.1.2	Tension de polarisation .....	122
3.6.1.3	Limite de détection .....	126
3.6.1.4	Conclusion .....	127
3.6.2	Investigation des modes supérieurs .....	128
3.6.3	Exploitation du comportement non-linéaire.....	129
3.7	Conclusion.....	132
3.8	Bibliographie .....	134
<i>Chapitre 4 : Influence des paramètres environnementaux et autres utilisations possibles des micropoutres pour la détection d'hydrogène .....</i>		<i>139</i>
4.1	Introduction.....	144
4.2	Motivations .....	144
4.3	Influence de la température sur le comportement d'une micropoutre résonante .....	145
4.3.1	Méthodes de compensation des effets de la température .....	146
4.3.2	Effets dus aux modifications mécaniques de la structure.....	147
4.3.3	Effets dus aux modifications des propriétés physiques du gaz environnant .....	148



4.3.4	Caractérisation en température .....	148
4.3.4.1	Présentation du banc expérimental .....	150
4.3.4.2	Analyse des résultats.....	152
4.3.5	Conclusion .....	154
4.4	Influence des autres paramètres physiques .....	154
4.4.1	Réalisation d'une station météo et d'un circuit oscillateur .....	155
4.4.1.1	Station météo gaz.....	155
4.4.1.2	Circuit oscillateur .....	155
4.4.2	Variation de la pression atmosphérique .....	157
4.4.3	Variation du débit .....	158
4.4.4	Conclusion .....	160
4.5	Amélioration de la sensibilité : second lot de micropoutres .....	161
4.5.1	Conception et dimensionnement .....	161
4.5.1.1	Géométries parallélépipédiques et trapézoïdales.....	161
4.5.1.2	Concentration des contraintes mécaniques.....	164
4.5.2	Procédé de fabrication du Lot n°2 et fonctionnalisation au palladium .....	164
4.5.3	Analyse de la sensibilité des poutres sans couche sensible .....	166
4.5.3.1	Influence de la géométrie et de la longueur des structures.....	166
4.5.3.2	Influence de la taille des structures.....	170
4.5.3.3	Investigation du deuxième mode de résonance .....	173
4.5.3.4	Bilan des performances des micropoutres sans couche sensible du Lot n°2 .....	176
4.5.4	Etude préliminaire des micropoutres fonctionnalisées au palladium.....	177
4.5.4.1	Analyse de la sensibilité de micropoutres fonctionnalisées avec du palladium .....	178
4.5.4.2	Analyse de la sélectivité et estimation des temps de réponse.....	181
4.5.4.3	Bilan des performances des micropoutres avec Pd du Lot n°2 .....	182
4.6	Mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité du gaz en vue d'une identification de l'hydrogène .....	183
4.6.1	Vérification du modèle de Sader pour l'estimation de la fréquence propre et du facteur de qualité	184
4.6.2	Méthode d'étalonnage pour la mesure de la masse volumique et de la viscosité de gaz ...	188
4.6.3	Conclusion .....	190
4.7	Conclusion .....	191
4.8	Bibliographie .....	192
	Conclusion générale.....	196
	Perspectives .....	197

Liste des publications.....	200
Annexes.....	202
Annexe A : Conception des capteurs du Lot n°1 .....	202
A.1   Dimensionnement des piézorésistances, des pistes conductrices et des plots de connexion .	202
A.2   Notations et références des micropoutres .....	203
A.3   Poutres de forme parallélépipédique (A) .....	204
A.4   Poutres en forme de T (T).....	204
A.5   Poutres en forme de U (U) .....	205
A.6   Poutres en diapason (Y).....	207
Annexe B : Les masques du Lot n°1.....	209
Annexe C : Conception des capteurs du Lot n°2 .....	212



# Introduction générale

Un microsystème est d'abord un système capable d'accomplir un certain nombre de tâches pour lesquelles il a été conçu, tels que la perception (capteur), l'action (actionneur), le traitement et la communication de données, *etc.* La course effrénée que mènent les scientifiques et les technologues vers la miniaturisation des systèmes les rend de plus en plus de dimensions microscopiques, voir, nanoscopiques. Il faut dire que cette tendance n'est pas qu'un effet de mode, mais est aussi un réel besoin et une nécessité dans pas mal d'applications telles que dans les appareils portatifs (téléphones, montres, PC, *etc.*) et les systèmes embarqués (moyens de transport, satellites, drones, *etc.*) nécessitant à la fois de la petitesse, de la légèreté, un bas coût ainsi qu'une basse consommation énergétique.

Depuis l'invention du transistor à grille résonante en 1967 par Harvey C. Nathanson *et al.* [NAT67], les MEMS (Micro -Electro-Mechanical Systems) ont connu un développement fulgurant pour tenter de résoudre des problématiques dans d'innombrables domaines tels que les télécommunications (switch RF), la navigation (gyroscope et accéléromètre), la détection chimique et biologique (capteur) et la détection d'accélération/décélération (accéléromètre). A part leur taille, ce qui rend les MEMS encore plus attractifs est la compatibilité avec la technologie de fabrication avec celle de la microélectronique qui offre tous les privilèges de la fabrication de masse à bas coût.

Les micropoutres font partie de la famille des MEMS et représentent les dispositifs les plus simples de cette famille, que ce soit pour leur conception ou pour la compréhension de leurs modes de fonctionnement. Ce sont les géométries mécaniques les plus utilisées, notamment dans les applications de détection. En effet, leur grand rapport surface sur volume leur confère un autre atout pour les applications capteurs. Conventionnellement, les capteurs chimiques ou biologiques à base de micropoutres sont recouverts d'une couche sensible à l'espèce cible (analyte). La sorption de celle-ci par la couche sensible provoque une déflexion de la micropoutre en mode statique (effet bilame) ou la diminution de la fréquence de résonance de la micropoutre en mode dynamique (effet de masse). Comme tous les capteurs disposant d'une couche sensible, les micropoutres fonctionnalisées profitent d'une très bonne sensibilité et d'une bonne sélectivité ; en revanche, elles souffrent aussi généralement de temps de réponse relativement lents et de durées de vie relativement courtes. Ces avantages et ces inconvénients sont principalement liés à la couche sensible.

Durant ses travaux de thèse, Sébastien Tétin [TET10] a montré la possibilité de mesure de la concentration d'une espèce chimique dans un mélange de gaz binaire, en exploitant le mode dynamique d'une micropoutre sans couche sensible, dont la fréquence de résonance dépend principalement de la masse volumique du gaz environnant. Cette approche est très intéressante dans la mesure où elle permet d'éliminer les inconvénients de la couche sensible, à savoir, les temps de réponse et la durée de vie. Ces résultats très encourageants ont donné lieu à une étude préliminaire sur la faisabilité d'une détection d'hydrogène en utilisant ce principe de fonctionnement. Cette étude s'est effectuée dans le cadre d'une collaboration entre l'Andra (Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs) et le laboratoire IMS (Laboratoire de l'intégration du Matériau au Système, Bordeaux) qui a mis à contribution Vincent Cuisset, dans le cadre de ses travaux de fin d'études d'ingénieur CNAM [CUI10]. Les résultats de cette dernière étude ont montré que certaines micropoutres ont de très bonnes limites de détection (jusqu'à 200ppm de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> ou dans l'air), mais leurs sensibilités restent insuffisantes (jusqu'à -12Hz.m<sup>3</sup>.kg<sup>-1</sup>) et doivent être améliorées.

L'Andra a particulièrement été séduite par ce nouveau concept d'utilisation de micropoutres résonantes sans couche sensible pour la mesure de la masse volumique du gaz en vue d'une détection

chimique. En effet, au-delà du fait que cette mesure n'est pas sélective, l'absence d'une couche sensible améliore, *a priori*, drastiquement la durée de vie de ce type de capteur, tout comme les capteurs à conductivité thermique. La fiabilité du capteur est un critère très important pour l'Andra qui cherche à développer un capteur d'hydrogène pérenne pour résister et opérer dans un environnement radioactif, où les opérations de maintenance sont extrêmement restreintes. De plus, comme l'hydrogène est le seul gaz évolutif attendu dans cet environnement et que ce gaz dispose de propriétés physiques très différentes (Tab.I.1) de celles des gaz conventionnels, l'utilisation de la mesure de la masse volumique de l'hydrogène dans l'air pour le suivi de sa concentration pourrait être une solution efficace pour l'application envisagée. En effet, en raison de la faible masse volumique de l'hydrogène par rapport à l'azote ou à l'air, la présence d'hydrogène dans de tels gaz diminue la masse volumique du mélange.

**Tableau I.1 :** Quelques propriétés physiques des gaz conventionnels ( $P = 100\text{kPa}$ ,  $T = 293\text{K}$ , sauf indication contraire).  $M_g$ ,  $\rho_g$ ,  $\eta_g$  et  $\lambda_g$  sont, respectivement, la masse molaire, la masse volumique, la viscosité, la conductivité thermique du gaz et  $v_g$  la vitesse de propagation du son dans le gaz.

Gaz	$M_g$ (g/mol)	$\rho_g$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\eta_g$ (μPa.s)	$\lambda_g$ (mW.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	$v_g$ (m.s <sup>-1</sup> )
Air	28.96	1.20	18.4	24.1	343
CH <sub>4</sub>	16.00	0.67	11.0	30.01	446
CO <sub>2</sub>	44.00	1.84	14.7	14.5	267
CO	28.00	1.17	17.4	24.6	336(0°C)
N <sub>2</sub>	28.02	1.17	17.6	24.3	349
H <sub>2</sub>	<b>2.02</b>	<b>0.08</b>	<b>8.8</b>	<b>168.4</b>	<b>1270</b>
O <sub>2</sub>	32.00	0.74	20.2	24.4	326
He	<b>4.03</b>	<b>0.17</b>	<b>19.6</b>	<b>146</b>	<b>1007</b>

La structure de ce manuscrit de thèse est divisée en quatre chapitres. Le premier est consacré à la présentation des différentes technologies de capteurs utilisées pour la détection d'hydrogène ainsi qu'à la présentation des capteurs à base de micropoutres avec et sans couche sensible.

Dans la continuité des travaux de recherche menés au laboratoire IMS depuis 2009, le but des travaux de recherche présentés dans la suite du manuscrit est principalement l'amélioration de la sensibilité des micropoutres sans couche sensible vis-à-vis de la masse volumique du gaz. Ainsi, dans le chapitre 2, une étude des différentes méthodes spectrales du suivi des petites variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité est présentée. L'objet principal de ce chapitre est l'amélioration de la sensibilité et de la diminution du bruit des méthodes de traitement des spectres afin de pouvoir détecter les plus faibles valeurs possibles des variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité.

L'autre axe majeur de cette thèse est l'amélioration de la sensibilité des micropoutres vis-à-vis de la masse volumique du gaz environnant en jouant sur la géométrie et les dimensions de leurs structures et en exploitant les modes supérieurs de résonances. Le chapitre 3 est consacré à cette étude et permet aussi de montrer l'importance du bon choix des paramètres électromécaniques (ex : force d'actionnement et tensions de polarisation) pour l'amélioration des performances et le choix du mode de fonctionnement (linéaire ou non linéaire).

Dans le quatrième et dernier chapitre, les effets environnementaux sur le comportement d'une micropoutre résonante sont étudiés. Un intérêt particulier est porté sur l'influence de la température qui modifie à la fois les propriétés mécaniques de la micropoutre et les propriétés physiques du gaz environnant. Par ailleurs, une étude d'un second lot de micropoutres est présentée. Ce nouveau lot est conçu et fabriqué en tenant compte des conclusions tirées de l'étude de l'influence de la géométrie sur

la sensibilité effectuée dans le chapitre 3. De plus, des micropoutres ont aussi été fonctionnalisées avec du palladium afin de comparer les performances de tels capteurs avec ceux sans couche sensible.

## Références

[CUI10] V. Cuisset, Utilisation de micropoutres sans couche sensible en vibration pour la detection d'espèces gazeuses-Réalisation d'un réseau de gaz pilotable, Mémoire de fin d'étude ingénieur CNAM, pp 2010.

[NAT67] H. C. Nathanson, W. E. Newell, R. A. Wickstrom and J. R. Davis, The resonant gate transistor, IEEE Transactions on Electron Devices, 14 (1967), pp 117-133.

[TET10] S. Tétin, B. Caillard, F. Ménil, H. Debéda, C. Lucat, C. Pellet, I. Dufour, Modeling and performance of uncoated microcantilever-based chemical sensors, Sensors and Actuators B 143 (2010), pp 555–560.



***Chapitre 1 : Détection  
d'hydrogène, capteurs à base de  
micropoutres : État de l'art***





## ***SOMMAIRE***

<b>Chapitre 1 : Détection d'hydrogène, capteurs à base de micropoutres : État de l'art</b> .....	19
1.1 Introduction.....	24
1.2 Andra & projet Cigéo .....	24
1.3 Principales technologies pour la détection de l'hydrogène.....	25
1.3.1 Détection chimique .....	26
1.3.1.1 Capteurs catalytiques .....	27
1.3.1.2 Capteurs électrochimiques .....	28
1.3.1.3 Capteurs à oxydes métalliques (MOX).....	29
1.3.1.4 Capteurs à base de fibres optiques.....	30
1.3.1.5 Capteurs acoustiques avec couche sensible.....	32
1.3.2 Détection physique .....	33
1.3.2.1 Capteurs à conductivité thermique .....	33
1.3.2.2 Capteurs acoustiques sans couche sensible .....	34
1.3.2.3 Lidar à diffusion Raman .....	35
1.3.3 Comparaison des technologies .....	36
1.4 Capteurs à base de micropoutres.....	38
1.4.1 Micropoutres fonctionnalisées.....	39
1.4.1.1 Mode statique .....	39
1.4.1.2 Mode dynamique .....	40
1.4.2 Micropoutre résonante sans couche sensible : mesure des propriétés physiques des fluides 43	
1.4.2.1 Résonance propre dans le vide .....	44
1.4.2.2 Résonance forcée dans le fluide .....	45
1.4.2.3 Variation de la fréquence de résonance et du facteur de qualité .....	48
1.4.3 Actionnement électromagnétique .....	49
1.4.4 Détection piézorésistive .....	51
1.4.5 Sources de bruit dans les micropoutres .....	54
1.4.5.1 Bruit de Johnson .....	54
1.4.5.2 Bruit de Schottky .....	55
1.4.5.3 Bruit de Flicker .....	56
1.4.6 Oscillateurs à base de micropoutres.....	56
1.4.6.1 Oscillateur à boucle fermée.....	57

1.4.6.2	Résonateur à boucle à verrouillage de phase.....	58
1.5	Conclusion .....	59
1.6	Bibliographie .....	61



## 1.1 Introduction

Dans ce chapitre, après avoir présenté le projet Cigéo de l'Andra, les principales technologies de capteurs matures ou répandues dans la littérature scientifique sont passées en revue. L'analyse de leurs modes de fonctionnement permet de dresser les avantages et les inconvénients de chaque famille de capteurs et plus spécialement vis-à-vis de la détection d'hydrogène. Par la suite, les capteurs chimiques à base de micropoutres sont présentés avec leurs deux modes de fonctionnement statique et dynamique. L'étude théorique des micropoutres sans couche sensible proposée pour la détection de l'hydrogène dans les alvéoles Cigéo est ensuite présentée, afin de montrer l'effet des propriétés physiques du gaz environnant sur le comportement de ses microstructures. Afin de cerner la mise en œuvre d'un tel capteur ainsi que les sources de bruits pouvant altérer ses performances, l'actionnement électromagnétique, la détection piézorésistive et ses sources de bruit ainsi que les circuits électroniques classiques utilisés pour leur conditionnement en configuration résonateur sont présentés.

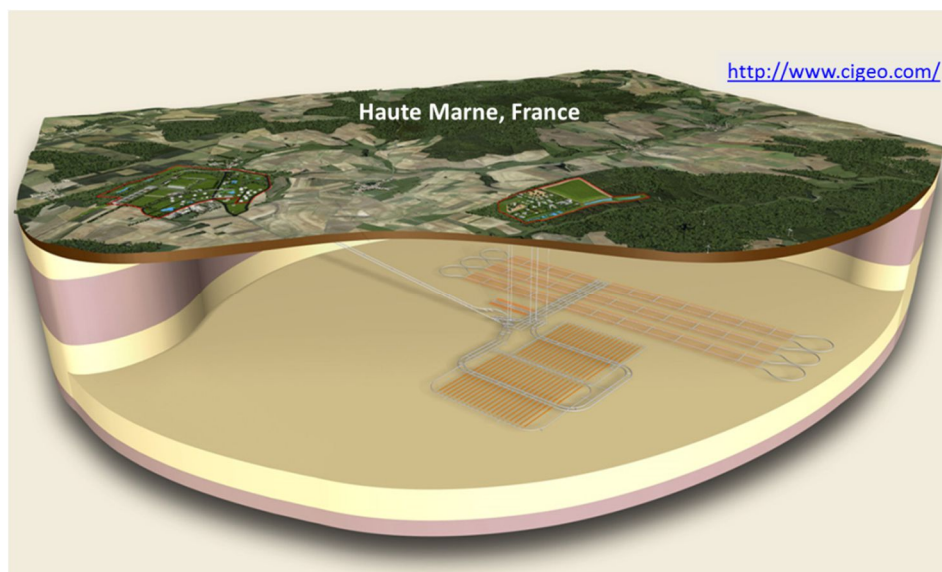
## 1.2 Andra & projet Cigéo

L'Andra, agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs, est un organisme français créé en 1979 pour répondre aux besoins de gestion à long terme des déchets radioactifs produits en France. Dans le cadre de cette mission, l'Andra est en charge de trouver, de mettre en œuvre et de garantir des solutions de gestion sûres pour l'ensemble des déchets radioactifs français, afin de protéger les générations actuelles et futures des risques que présentent ces déchets. L'Andra est placée sous la tutelle du ministère en charge de la recherche, de l'énergie et de l'environnement (contrat quadriennal 2009-2012) et est indépendante des producteurs de déchets radioactifs. Elle dispose de deux centres de stockage de déchets radioactifs en France : le centre de stockage de la Manche pour les déchets de faible et moyenne activité (FMA) et qui ne reçoit plus de déchet depuis 1994 et le centre de stockage de l'Aube pour le stockage des déchets de faible et moyenne activité (FMA) et des déchets de très faible activité (TFA).

L'Andra dispose aussi d'un laboratoire sous-terrain en Meuse/Haute-Marne, chargé d'étudier la faisabilité et de préparer la phase industrielle du projet Cigéo<sup>1</sup> (centre industriel de stockage géologique *Fig.1.1*). Ce centre de stockage contiendra des installations souterraines situées à -500m et seront conçues pour accueillir les quelques dizaines de milliers de mètres cube de déchets radioactifs de haute et moyenne activité à vie longue (HA et MA-VL). Ces déchets sont principalement issus du parc électronucléaire français actuel et le projet a comme vocation de les confiner sur des centaines de milliers d'années avec comme objectif une assurance d'un stockage pérenne, sûr et réversible. Une production d'hydrogène est prévue dans les alvéoles, elle devrait provenir de la corrosion anoxique des métaux (alvéoles HA) ainsi que de la radiolyse se produisant dans les déchets exothermiques (alvéole MA-VL). Comme l'hydrogène est un gaz inflammable pour des concentrations se situant entre 4-75%vol dans l'air, la surveillance de sa concentration dans cet environnement est cruciale pour des raisons de sûreté.

---

<sup>1</sup> Centre industriel de stockage géologique : [www.cigeo.fr](http://www.cigeo.fr)



**Figure 1.1 :** Projet Cigéo piloté par l’Andra.

L’observation-surveillance de l’hydrogène est donc au cœur des préoccupations de l’Andra, son but est de réaliser un suivi et une auscultation pérenne des ouvrages de stockage. Pour ce faire, la stratégie repose d’abord sur la mise en œuvre d’approches d’auscultations complémentaires pour les ouvrages accessibles (galeries d’accès par exemple), et par des méthodes d’évaluations non destructives. Cette démarche de redondance et de complémentarité est également déclinée pour l’instrumentation *in situ*. Au sein des unités d’auscultation, les capteurs d’hydrogène seront placés en surnombre d’une part, associés suivant leurs complémentarités et d’autre part, ils seront issus des technologies éprouvées aux côtés de capteurs innovants avec des mesures localisées associées à des dispositifs réalisant des mesures réparties (sur de grands linéaires). Cette combinaison d’approches et de moyens permet de renforcer la confiance dans la pérennité du système global.

L’hostilité de l’environnement exige des performances extrêmes pour les capteurs d’hydrogène prévus pour ce projet. Ceux-ci doivent être non seulement sensibles, mais surtout pérennes. La sélectivité n’est pas préoccupante et ne fait pas partie des spécifications prioritaires, car seul l’hydrogène évoluera de manière significative dans cet environnement. L’une des pistes prometteuses est l’utilisation de capteurs physiques simples pouvant mesurer une ou plusieurs propriétés physiques (*Tab.I.1*) de l’hydrogène. Cette famille de capteur est surtout connue pour sa longévité en raison de l’absence de phénomènes de sorption ou d’oxydo-réduction incontournables dans les capteurs chimiques. C’est dans ce cadre qu’interviennent les travaux de recherche effectués dans cette thèse.

### 1.3 Principales technologies pour la détection de l’hydrogène

Le dihydrogène ( $H_2$ ), que l’on appellera par abus de langage dans ce manuscrit hydrogène, est un gaz ayant des propriétés uniques et exceptionnelles. Il ne présente aucun goût, aucune odeur et aucune couleur le rendant ainsi imperceptible par les organes sensoriels humains. Par ailleurs, il présente la masse molaire la plus petite de tous les gaz connus ( $2.02g.mol^{-1}$ ), une très faible viscosité ( $8.8\mu Pa$ ) et une grande conductivité thermique ( $168.4mW.m^{-1}.K^{-1}$ ). Sa combustion ne nécessite qu’une très faible énergie ( $0.02mJ$ ) avec une très grande vitesse de propagation de la flamme ( $265-325cm.s^{-1}$ ), dans une large plage d’inflammabilité (4-75% de  $H_2$  dans l’air). Cette combustion dégage une chaleur

très élevée ( $142\text{kJ.g}^{-1}$ ) à une température de combustion de  $560^{\circ}\text{C}$  en produisant de l'eau par la réaction d'oxydation. Ces caractéristiques de combustion très alléchantes tant sur le plan énergétique qu'environnemental, l'abondance des sources d'hydrogène sur la planète (eau, hydrocarbures et biomasse) ainsi que la maîtrise des processus de production (électrolyse, thermolyse et vaporeformage, etc.) place l'hydrogène comme le meilleur candidat pour l'énergie propre du futur [STE89, NI06, KAR06, LEM10, BAL15]. Compte tenu de la dangerosité de ce vecteur d'énergie, qui reste le frein majeur à sa démocratisation, l'amélioration des dispositifs de sûreté et de surveillance est l'un des défis majeurs que soulève le stockage de l'hydrogène. Ceci passe donc par l'amélioration de la qualité des réservoirs de stockage (résistance aux chocs et aux hautes pressions et diminution des risques de fuites, etc.) mais aussi par l'amélioration des performances des techniques de détection de l'hydrogène, voire le développement de nouvelles techniques, plus sensibles, plus fiables et plus rapides en termes de temps de réponse.

Il existe une multitude de mécanismes de mesure ou de détections d'une espèce chimique gazeuse utilisant différents principes de fonctionnement. Parmi les principes les plus traditionnellement utilisés, notamment dans l'industrie et les laboratoires, on trouve les techniques de chromatographie et de spectroscopie de masse. Ces techniques sont performantes mais nécessitent une intervention humaine régulière, que ce soit pour l'interprétation des mesures ou pour les opérations de préparation et de maintenance. Néanmoins, plusieurs études tentent de miniaturiser ces systèmes pour les rendre portatifs et plus accessibles [AZZ14, WAP07, PRO13]. De plus, du fait des gabarits imposants de ces dispositifs, leur coût onéreux et leur temps de réponse non négligeables, leur utilisation est limitée à des analyses d'échantillon de gaz *ex-situ*. Le besoin grandissant de mesures dites « temps réel » et *in-situ* que ce soit pour des applications industrielles (supervision des procédés, sûreté, ...) ou grand public (sécurité incendie, pollution atmosphérique, ...) a suscité plusieurs travaux de R&D visant à la miniaturisation des systèmes de détection, à l'amélioration de leurs performances (temps de réponse, sensibilité et sélectivité) et à la réduction de leur coût. Les efforts des différents acteurs de la R&D ont engendré plusieurs dispositifs de détection ou capteur de gaz relativement miniatures, utilisant des éléments chimiquement ou physiquement sensibles à une espèce cible tout en utilisant des modes de transductions relativement simples [LIU12, HOD13].

A l'instar de tous les capteurs chimiques, la détection de l'hydrogène profite des avancées scientifiques et technologiques réalisées, tant sur les méthodes de transduction et de détection que sur les techniques de fabrication. On trouve alors par exemple des capteurs d'hydrogène résistifs, capacitifs, optiques, acoustiques et mécaniques [SUN12, HÜB11] miniatures dont le principal point commun est l'utilisation d'une couche sensible ou d'un catalyseur généralement en palladium (Pd) et/ou en platine (Pt) (métaux nobles). Dans la suite de cette partie, nous présentons quelques exemples de capteurs chimiques et physiques d'hydrogène couramment rencontrés dans la littérature et utilisant différents mécanismes de détection et nous finissons par une comparaison des avantages et des inconvénients de chaque famille de capteur ainsi que de chaque technologie.

### 1.3.1 Détection chimique

On parle généralement de détection chimique lorsque l'on mesure la concentration d'une espèce chimique particulière suite à une réaction chimique entre l'analyte (espèce cible) et l'élément réactif (couche sensible), conduisant à une adsorption (sorption sur la surface) ou une absorption (sorption dans le volume) de cet analyte sur ou dans l'élément sensible et modifiant ainsi ses propriétés physico-chimiques. Dans le cas de la détection de l'hydrogène, des matériaux comme le palladium (Pd), le

platine (Pt), le dioxyde d'étain ( $\text{SnO}_2$ ), le trioxyde de tungstène ( $\text{WO}_3$ ) ou leurs alliages sont utilisés comme couche sensible ou catalyseur dans de nombreux capteurs rapportés dans la littérature [HÜB11]. Cependant, le palladium reste tout de même quasiment incontournable et est le plus conventionnellement utilisé en raison de la grande solubilité de l'hydrogène dans ce matériau. En effet, la molécule d'hydrogène se dissocie facilement au contact du palladium (grande solubilité de  $\text{H}_2$  dans Pd). Ceci favorise la diffusion des atomes d'hydrogène (H) dans le volume du palladium (formation d'hydruure de palladium) jusqu'à ce qu'un équilibre s'établisse avec l'hydrogène adsorbé en surface [JEW06]. Par ailleurs, dans le cas des réactions catalytiques, le palladium (Pd) et le platine (Pt) sont usuellement utilisés comme catalyseurs pour favoriser les réactions de combustion ou d'oxydo-réduction dans la détection des gaz inflammables (ex :  $\text{H}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ), oxydants (ex :  $\text{NO}_2$ ,  $\text{O}_2$ ) ou toxiques (ex :  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{SO}_2$ ) [LIE14]. Que ce soit la diffusion de l'hydrogène dans le palladium ou sa combustion favorisée par un catalyseur, ces réactions modifient les propriétés physico-chimiques des matériaux mis en jeux. Dès lors, toutes les techniques de transduction permettant la mesure d'une ou de plusieurs de ces propriétés peuvent être utilisées pour corréliser ces modifications avec la concentration de l'hydrogène présent dans l'environnement.

### 1.3.1.1 Capteurs catalytiques

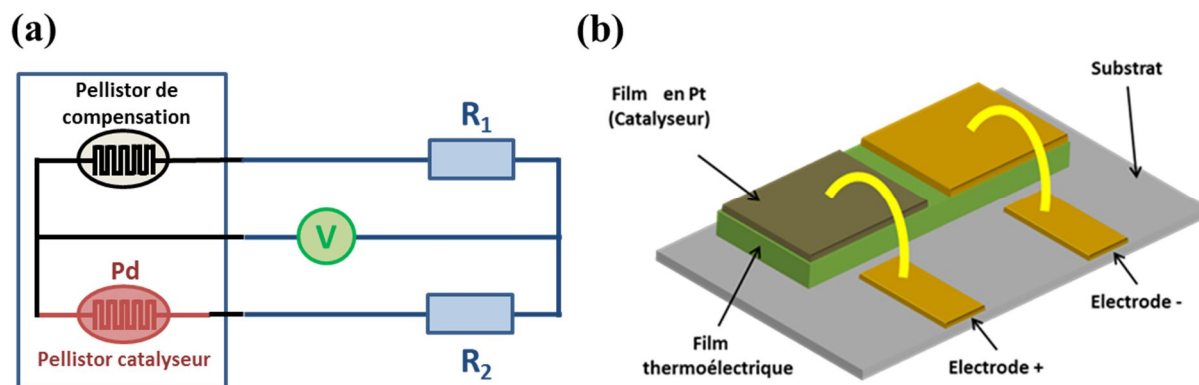
Ce type de capteurs est utilisé pour la détection de gaz inflammables tels que le méthane et l'hydrogène. Le principe de fonctionnement est basé sur la mesure de la chaleur de combustion entre l'oxygène et le gaz à détecter. Il existe deux types de capteurs catalytiques : les capteurs à pellistors et les capteurs thermoélectriques.

Un pellistor est une résistance (généralement un filament en platine) enrobée d'une bille de céramique poreuse (généralement alumine  $\gamma$ ). Ce premier type de capteur catalytique est composé de deux pellistors chauffés par effet Joule. Seulement une des deux résistances (pellistors) est recouverte d'un métal noble tel que le platine ou le palladium servant de catalyseur de combustion. Quant à l'autre, elle est utilisée comme résistance de référence permettant de compenser les grandeurs d'influence, telles que la température et l'humidité, grâce à un montage en pont de Wheatstone. En présence d'hydrogène à proximité de la résistance fonctionnalisée (contenant l'élément catalyseur, par exemple le Pd) et sous l'influence de la chaleur qu'elle génère (température supérieure à  $300^\circ\text{C}$ ), les molécules d'hydrogène ( $\text{H}_2$ ) chimi-sorbées sur la surface du catalyseur entrent en réaction d'oxydation avec l'oxygène ( $\text{O}_2$ ) adsorbé pour former des molécules d'eau ( $\text{H}_2\text{O}$ ). Cette réaction exothermique crée une différence de température entre la résistance de référence et la résistance fonctionnalisée (catalyseur) ce qui provoque un déséquilibre du pont de Wheatstone (*Fig1.2.a*). Ce type de capteur d'hydrogène est mature et commercialisé pour les applications de détection de gaz inflammables telles que les hydrocarbures ( $\text{C}_n\text{H}_m$ ). Cependant, outre le fait qu'il n'est pas sélectif à l'hydrogène, les ambiances comportant des composés sulfuriques, tels que le sulfure d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{S}$ ), constituent des poisons pour les catalyseurs pouvant non seulement les endommager, mais aussi diminuer leur sensibilité de manière irréversible. Néanmoins, de récents travaux de recherche ont tenté d'améliorer la sélectivité de ce type de capteur vis-à-vis de l'hydrogène, de les miniaturiser en utilisant la technologie MEMS et de diminuer leur consommation d'énergie [LEE11, TON14, BRA14].

Tout comme le pellistor, les capteurs catalytiques thermoélectriques réagissent à l'oxydation de l'hydrogène dans le catalyseur. La différence se situe au niveau du principe de transduction. Le principe de fonctionnement est basé sur une génération d'une différence de potentiel entre deux points de différentes températures, ce qui est connu sous le nom d'effet Seebeck (effet thermoélectrique) [MCA85]. Dans le cas de la détection de l'hydrogène utilisant ce principe, un film catalyseur est déposé



sur une partie de la surface du matériau thermoélectrique afin d'y créer une différence de température lors de la réaction d'oxydation (*Fig.1.2.b*). Les matériaux les plus communément utilisés sont les alcalins dopés en oxyde d'azote ( $N_nO$ ) et le silicium germanium (SiGe) comme matériau transducteur et le platine (Pt) comme élément catalyseur en raison de sa bonne activité catalytique pour des températures relativement basses ( $<100^{\circ}C$ ) [SHI03]. Cette caractéristique le rend sélectif à l'hydrogène (son énergie de combustion est plus petite que celle des autres gaz inflammables tels que le  $CH_4$ ), contrairement au pellistor classique.



**Figure 1.2 :** Capteurs catalytiques (a) à base de pellistor en configuration pont de Wheatstone et (b) à base d'un matériau thermoélectrique.

### 1.3.1.2 Capteurs électrochimiques

Le principe de fonctionnement est basé sur l'utilisation de réactions d'oxydo-réductions pour la détection des gaz à des températures relativement basses. Ce phénomène se produit à la surface d'une électrode sensible à l'analyte, parmi les deux ou les trois électrodes que contient le capteur. Le gaz se diffuse sur cette électrode soit par une réaction d'oxydation (ex :  $CO$ ,  $H_2S$ ,  $SO_2$ ,  $NO$ ,  $H_2$ ) soit par une réaction de réduction (ex :  $NO_2$ ,  $Cl_2$ ). Les capteurs électrochimiques sont décomposés en trois catégories selon le principe de fonctionnement : les capteurs ampérométriques, potentiométriques et conductométriques [KOR09]. Nous nous contentons de présenter ici uniquement une catégorie, à savoir, les capteurs électrochimiques ampérométriques pour une application de détection d'hydrogène.

Un capteur électrochimique est composé de trois éléments principaux. Le premier étant les électrodes à travers lesquelles transitent les électrons. Une configuration basique est constituée de deux électrodes : l'électrode sensible (électrode de travail) et l'électrode compteur. Dans le cas d'une détection d'hydrogène, la première est fonctionnalisée avec un métal noble, souvent du platine, afin de favoriser la réaction d'oxydation de l'hydrogène. Toutefois, une troisième électrode est souvent présente dans ce type de capteur, elle sert d'électrode de référence permettant de maintenir un potentiel fixe dans le cas d'un capteur ampérométrique. Le deuxième élément est la cellule électrochimique contenant un électrolyte solide ou liquide [DAI12, WEN09] dont le rôle est le transport des ions entre les électrodes. Le dernier élément est la membrane perméable (ou de diffusion) permettant à la fois la limitation et la sélectivité de la diffusion du gaz. Le principe de fonctionnement ainsi que la structure du capteur sont schématisés sur la *Fig.1.3*.

Ce type de capteur offre plusieurs avantages, notamment, le fonctionnement en conditions atmosphériques et la basse consommation de l'énergie. Toutefois, il souffre de la non-sélectivité et de la dérive dans le temps à cause de la dégradation des matériaux.

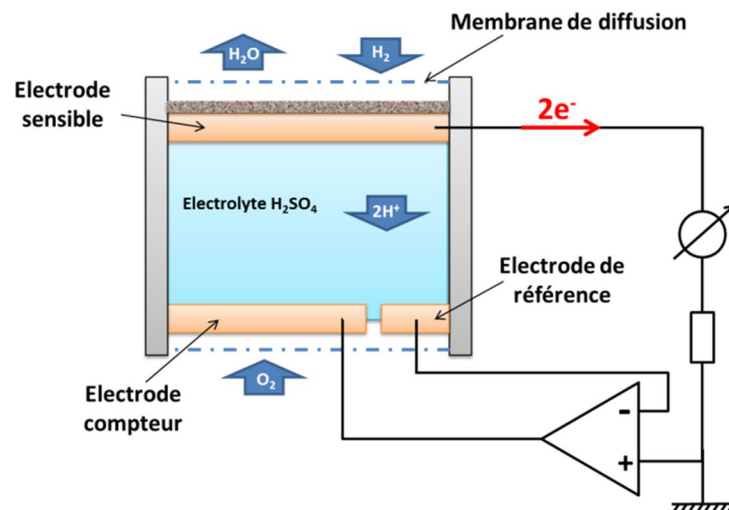
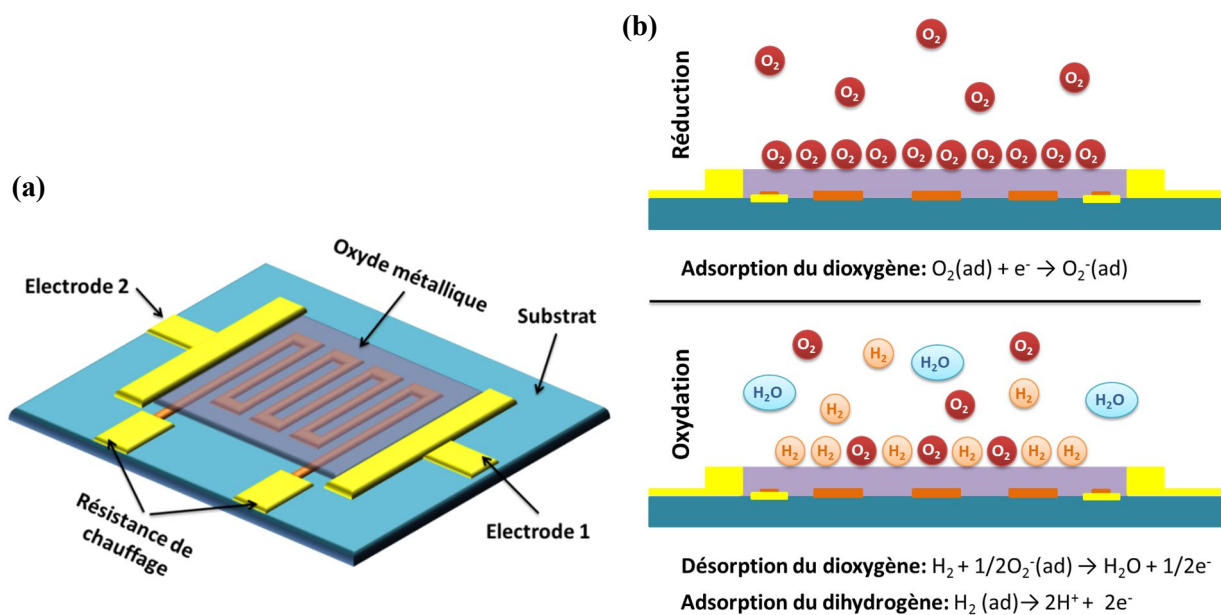


Figure 1.3 : Principe de fonctionnement et structure d'un capteur d'hydrogène électrochimique.

### 1.3.1.3 Capteurs à oxydes métalliques (MOX)

Les capteurs à oxydes métalliques, ou communément appelés capteurs MOX, utilisent comme couche sensible des matériaux semi-conducteurs ayant une large bande interdite tels que le dioxyde d'étain ( $\text{SnO}_2$ ) et l'oxyde de zinc ( $\text{ZnO}$ ). Les propriétés électriques de tels matériaux changent lorsqu'ils sont exposés à un gaz combustible, réducteur ou oxydant ( $\text{CO}$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{H}_2$ , etc.) [BAT05]. La structure du capteur est composée de deux éléments fondamentaux : (1) une couche active semi-conductrice et (2) une résistance chauffante, le tout étant supporté par un substrat.

Le débat sur le mécanisme physico-chimique responsable de la variation de la conductivité des capteurs MOX en fonction de l'analyte est toujours d'actualité. La version basique du principe de fonctionnement est que dans un milieu oxygéné (ex : air) et sous une haute température (généralement  $180\text{--}450^\circ\text{C}$ ) générée par la résistance chauffante, l'oxygène est adsorbé à la surface de la couche d'oxyde métallique (couche active) et forme des liaisons avec ses électrons libres. Ce processus provoque la formation d'une barrière de potentiel entre les grains empêchant le déplacement des électrons. Ce phénomène se traduit par une diminution de la conductivité électrique ( $\text{S.m}^{-1}$ ) du semi-conducteur. Lorsque le capteur est exposé à un gaz réducteur ou combustible, une réaction d'oxydation est déclenchée sur la surface active. Ceci réduit la densité d'oxygène sur l'oxyde métallique et libère des électrons provoquant une augmentation de la conductivité. Ainsi, une corrélation peut être établie entre la concentration du gaz réducteur et la variation de la conductivité électrique de la couche active. La Fig. 1.4 montre la structure et le schéma de principe de fonctionnement d'un capteur MOX.



**Figure 1.4 :** Principe de fonctionnement d'un capteur MOX. (a) Les électrodes 1 et 2 servent à mesurer la résistance de la couche d'oxyde métallique chauffée par la résistance qu'elle recouvre. (b) Réactions d'oxydo-réduction mises en jeu.

Comme l'hydrogène est un gaz réducteur, ce mécanisme est utilisé pour sa détection dans les milieux oxygéné [ARO07, GU12]. Cette famille de capteurs est mature et présente de bonnes sensibilités et profite des avantages de la technologie microélectronique notamment en termes d'intégration et de fabrication de masse. Bien évidemment, l'un des inconvénients majeurs d'un tel capteur d'hydrogène est sa non-sélectivité. Pour pallier à ce problème, l'oxyde métallique peut être dopé avec un métal catalytique tel que le palladium ou le platine [MAL08, WAN10, LIE14] ou en déposant une couche mince de dioxyde de silicium sur la surface de l'oxyde métallique jouant le rôle de filtre sélectif [TOU08]. D'autre part, le fonctionnement de ce type de capteur est conditionné par la présence d'oxygène et la variation de sa concentration affecte la réponse du capteur. Outre la consommation d'énergie relativement élevée, la haute température de fonctionnement de cette famille de capteurs affecte leur stabilité à long-terme et présente une source potentielle d'inflammation dans le cas de gaz inflammables.

#### 1.3.1.4 Capteurs à base de fibres optiques

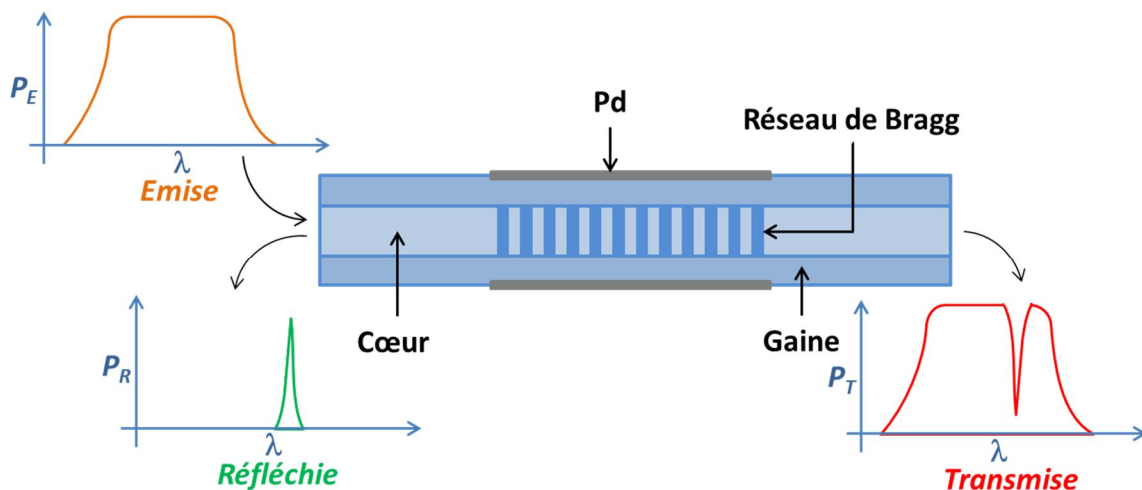
Très souvent, les capteurs optiques d'hydrogène utilisent le palladium comme élément sensible [HÜB11, SIL12]. L'incorporation de ce matériau dans une fibre optique permet de provoquer une variation du comportement de la fibre en présence d'hydrogène mais aussi de garantir une certaine sensibilité et sélectivité vis-à-vis de ce gaz. Selon la configuration du système fibre-palladium, des mesures de modulation de phase, de polarisation, d'intensité ou de longueur d'onde peuvent être effectuées et corrélées avec la concentration d'hydrogène présent dans le milieu [JAV15]. Parmi les techniques de mesure les plus répandues on trouve par exemple la mesure de la réflectivité de la couche sensible [BEV00], la mesure interférométrique [LEE12], la résonance plasmon de surface [PER13] ainsi que le réseau de Bragg [DAI14]. C'est ce dernier mode de fonctionnement qui est présenté dans cette partie.

Une fibre optique est principalement composée de trois éléments : le cœur, la gaine et le fourreau de protection. Le rôle principal du cœur est la canalisation (confinement) de la lumière au sein de la fibre optique. C'est pourquoi, une gaine dont l'indice de réfraction est inférieur à celui du cœur recouvre ce dernier afin d'entraîner une réflexion totale de la lumière au sein de ce canal. Comme son nom l'indique, le fourreau quant à lui protège la fibre des contraintes externes pouvant altérer le fonctionnement de ce dispositif.

La fibre optique à réseau de Bragg est constituée de grilles gravées sur le cœur de la fibre (Fig.1.5). Cette configuration permet de moduler périodiquement l'indice de réfraction effectif du canal optique, ce qui provoque une réflexion d'une longueur d'onde particulière au niveau de l'interface (réseau de Bragg), tandis que le reste du spectre lumineux est transmis vers la sortie de la fibre comme on peut le voir schématiquement sur la Fig.1.5. La longueur d'onde réfléchie est décrite par :

$$\lambda_r = 2n_{eff}\Lambda \quad (1.1)$$

Où  $n_{eff}$  est l'indice de réfraction effectif et  $\Lambda$  est le pas entre les grilles.



**Figure 1.5 :** Fibre optique à réseau de Bragg (FRB) fonctionnalisée avec du palladium. La mesure de la concentration de  $H_2$  dans un milieu gazeux est réalisée par le suivi des variations de la longueur d'onde réfléchie.

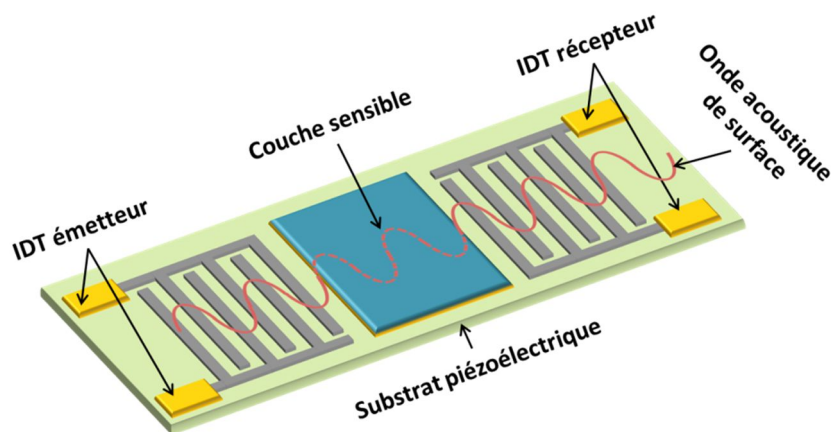
La fibre optique à réseau de Bragg (FRB) est en fait un capteur de température et de contraintes mécaniques car ces deux paramètres affectent à la fois l'indice de réfraction et le pas du réseau, ce qui modifie la longueur de l'onde réfléchie. Ce principe a été utilisé par Sutapun *et al.* [SUT99] pour en faire un capteur d'hydrogène en fonctionnalisant la FRB avec une couche de palladium au-dessus du réseau de Bragg (Fig.1.5). L'adsorption de l'hydrogène par cette couche sensible provoque des contraintes mécaniques autour du réseau, induisant ainsi une variation de la longueur d'onde réfléchie par le capteur. Le suivi des variations de la longueur d'onde leur a permis de détecter des concentrations allant de 0.3% à 1.8% d'hydrogène dans l'argon. Plus récemment, Dai *et al.* [DAI14] ont déposé une couche de platine chargé en trioxyde de tungstène ( $Pt-WO_3$ ) sur une FRB par la méthode de Sol-Gel. Ce matériau subit une réaction exothermique en présence d'hydrogène dans l'atmosphère. Les auteurs ont donc optimisé la sensibilité de leur capteur vis-à-vis de la température et ont réussi à avoir une étendue de mesure allant de 200ppm à 10% d'hydrogène dans l'air.

Le plus grand handicap des capteurs optiques d'hydrogène et plus particulièrement ceux à bases de fibres optiques est le risque d'interférence avec la lumière ambiante et le vieillissement de la couche sensible (palladium en particulier) à cause des contraintes mécaniques cycliques auxquelles sont soumis ces dispositifs. Leur extrême sensibilité à la température peut généralement être compensée par une fibre identique de référence non fonctionnalisée. Malgré cela, les vertus des capteurs optiques sont recommandées pour des applications en environnement explosif car ils ne présentent aucune source d'inflammation. De plus, ils offrent la possibilité de faire des mesures spatiales (ou distribuées) permettant de mesurer par exemple le gradient de concentration d'hydrogène dans un environnement particulier.

### 1.3.1.5 Capteurs acoustiques avec couche sensible

Les capteurs chimiques à ondes acoustiques exploitent principalement les variations de la fréquence de ces ondes lorsqu'elles traversent un milieu de propagation dont les propriétés acoustiques varient en fonction de l'espèce cible. Il existe deux types de propagations acoustiques : la propagation surfacique et la propagation volumique plus connues, respectivement, sous les acronymes, SAW (pour Surface Acoustic Wave en anglais) et BAW (pour Bulk Acoustic Wave en anglais).

Comme il est beaucoup plus simple de générer des ondes acoustiques de surface, les dispositifs SAW sont les plus utilisés notamment pour la détection des gaz en utilisant les ondes de Rayleigh. Ces dernières peuvent être générées par un transducteur inter-digité appelé IDT (Inter-Digitated Transducer) monté sur un substrat piézoélectrique disposant d'un autre IDT identique permettant de transformer l'onde acoustique reçue en un signal électrique comme illustré sur la *Fig.1.6*. Une couche sensible à l'espèce chimique cible est déposée entre les deux IDT, elle permet de modifier les propriétés du milieu de propagation et donc la fréquence de résonance du capteur. Plusieurs capteurs d'hydrogène à base de plateformes SAW sont rapportés dans la littérature, les matériaux communément utilisés sont  $\text{LiNbO}_3$ ,  $\text{LiTaO}_3$  et  $\text{AlN}$  pour le substrat piézoélectrique et  $\text{WO}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Pd}$ ,  $\text{Pt}$  et  $\text{InO}_x$  comme couches sensibles pour l'hydrogène [DAM82, IPP05, IPS05, FEC06, JAK09, HUA10, PHA12].



**Figure 1.6 :** Dispositif de détection à ondes acoustique de surface (SAW). La sorption de l'hydrogène par la couche sensible modifie les conditions de propagation de l'onde acoustique.

Les capteurs d'hydrogène SAW ont des performances remarquables en termes de sensibilité et de temps de réponse et peuvent couvrir une étendue de mesure allant de quelques ppm à 100%

[KAM09]. Cependant, des progrès en termes de sélectivité, de stabilité à long-terme et d'immunité aux variations atmosphériques sont attendus, raison pour laquelle les capteurs d'hydrogène SAW commerciaux n'ont pas encore vu le jour.

### 1.3.2 Détection physique

La détection d'une espèce chimique particulière est dite physique lorsqu'elle mesure une ou plusieurs de ses propriétés physiques telles que par exemple la masse volumique, la viscosité, la conductivité thermique et la masse molaire. En raison des propriétés physiques exceptionnelles de l'hydrogène qui le distinguent des autres gaz, sa détection et la mesure de sa concentration dans l'air est tout à fait possible en utilisant des capteurs physiques. Dans ce qui suit, des capteurs physiques d'hydrogène utilisant la mesure de la conductivité thermique, de la vitesse de propagation du son ainsi que de la diffusion Raman sont présentés.

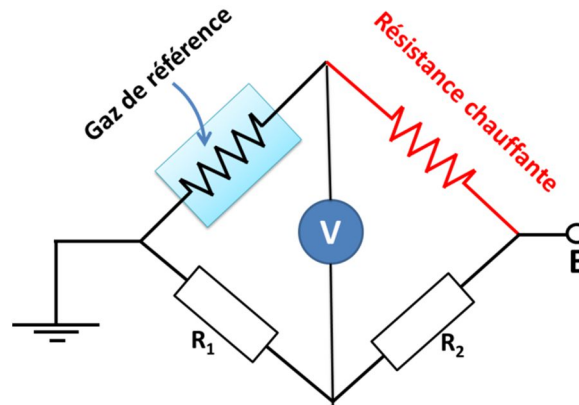
#### 1.3.2.1 Capteurs à conductivité thermique

La conductivité thermique est la grandeur physique caractérisant l'aptitude de la matière (gaz, liquide et solide) à transférer (conduire) une quantité de chaleur (énergie thermique) par unité de surface et de temps sous un gradient de température de 1 Kelvin par mètre ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Comme l'hydrogène présente une grande conductivité thermique ( $168.4 \cdot 10^{-3} \text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$ ) par rapport aux gaz conventionnels (ex : air =  $24.1 \cdot 10^{-3} \text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ,  $\text{N}_2 = 24.3 \cdot 10^{-3} \text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ), le suivi de sa concentration dans l'air peut être effectué par un dispositif de mesure de la conductivité thermique. Celui-ci est basé sur la mesure des pertes de chaleur d'un élément chauffant dans son environnement.

Dans le cas de la détection des gaz et plus particulièrement de la détection de l'hydrogène, le suivi de la concentration se fait généralement par la mesure des variations d'une résistance chauffante (thermorésistance) dues aux échanges thermiques avec le gaz environnant [SIM02]. Une autre technique consiste en l'utilisation d'un élément chauffant et d'un autre refroidissant, la différence de température entre les deux étant toujours maintenue constante, c'est l'énergie nécessaire à ce maintien qui donne l'image de la conductivité thermique du milieu [HÜB11]. L'avantage de ce dernier principe est qu'il ne nécessite aucun dispositif de référence ou de compensation des variations de la température atmosphérique, contrairement au premier principe tel que décrit sur la *Fig.1.7*. Dans les deux cas, les variations significatives d'humidité et de pression doivent être compensées.

Cette famille de capteurs est connue pour sa large étendue de mesure allant de quelques milliers de ppm à 100% de  $\text{H}_2$  dans l'air. Ne couvrant pas les basses concentrations, les capteurs à conductivité thermique sont très souvent accompagnés d'une autre technologie plus sensible à la gamme de concentration ciblée. En raison de l'absence de couches sensibles ou catalytiques, ces capteurs ont une durée de vie et une stabilité à long-terme relativement longue ainsi qu'un temps de réponse relativement faible [BOO10, BRE10]. Leur taille ainsi que la simplicité de leur mode de fonctionnement leur permettent de bénéficier de tous les avantages de la technologie microélectronique. Il en demeure tout de même que ces capteurs ne sont pas sélectifs et peuvent seulement être utilisés dans les cas où les autres gaz que l'hydrogène ne sont pas évolutifs.



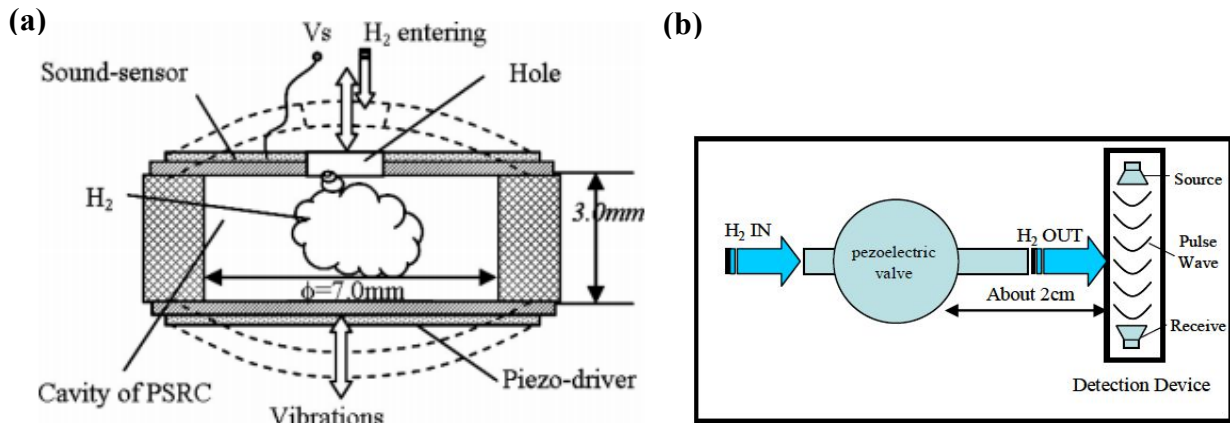


**Figure 1.7 :** Principe de fonctionnement d'un capteur de gaz à conductivité thermique. La variation de la tension mesurée au voltmètre dépend de la quantité de chaleur échangée par la résistance chauffante avec le gaz ambiant.

### 1.3.2.2 Capteurs acoustiques sans couche sensible

Les propriétés d'une onde acoustique, telles que sa vitesse de propagation et son énergie, peuvent aussi être affectées par la masse volumique du gaz environnant (en plus de ce qui a été présenté dans la partie 1.3.1.5). Ce principe a été exploité par Dong *et al.* [DON03, DON04] en utilisant une cavité résonante équipée de deux films piézoélectriques pour suivre les variations de la masse volumique et de la concentration de l'hydrogène dans l'air. Les deux films piézoélectriques sont alors déposés sur les deux faces externes de la cavité servant de dispositifs d'émission et de réception du son. Le schéma de principe est illustré sur la Fig.1.8.a. La variation de la masse volumique du gaz provoque une variation de l'impédance acoustique du capteur se traduisant par une variation simultanée de l'intensité acoustique et de la phase de l'onde sonore stationnaire. Le suivi de ces deux dernières caractéristiques a permis aux auteurs la détection de 8ppm d'hydrogène dans l'air dans les conditions atmosphériques avec un temps de réponse inférieur à 1.5s et une linéarité de la réponse entre 8ppm et 2000ppm [DON03].

Par ailleurs, la vitesse de propagation d'une onde acoustique dans un gaz constitué de 100% d'hydrogène est d'environ  $1310\text{m.s}^{-1}$  (à  $T = 25^\circ\text{C}$  et  $P = 1\text{atm}$ ) et représente la plus grande vitesse de propagation parmi tous les gaz. Les capteurs à ultrasons exploitent cette propriété pour mesurer la concentration de l'hydrogène dans l'air ayant une vitesse de propagation du son de  $334\text{m.s}^{-1}$ . Sonoyama *et al.* [SON10] ont développé un capteur d'hydrogène constitué de deux sondes ultrasonores pour l'émission et la réception des échos (Fig.1.8.b). Ces deux dernières sont connectées à une mini-centrale de traitement afin de mesurer les variations du temps de vol (vitesse de propagation) correspondant aux variations de la concentration de l'hydrogène dans l'air. Le dispositif ainsi présenté par les auteurs permet de détecter de 100ppm à 2000ppm d'hydrogène dans l'air (conditions atmosphériques) de manière quasi-linéaire avec un temps de réponse estimé à 84ms. La particularité de ce capteur physique est qu'il n'est sensible qu'à la masse molaire et à la température du gaz environnant [FUK12]. Comme pour les capteurs à conductivité thermique, ces capteurs ne sont pas sélectifs et peuvent seulement être utilisés dans les cas où les autres gaz que l'hydrogène ne sont pas évolutifs.



**Figure 1.8 :** Dispositifs acoustiques pour le suivi de la concentration de l'hydrogène dans l'air. (a) Cavité résonante acoustique piézoélectrique [DON03]. (b) Dispositif ultrasonore pour la mesure du temps de vol [SON10].

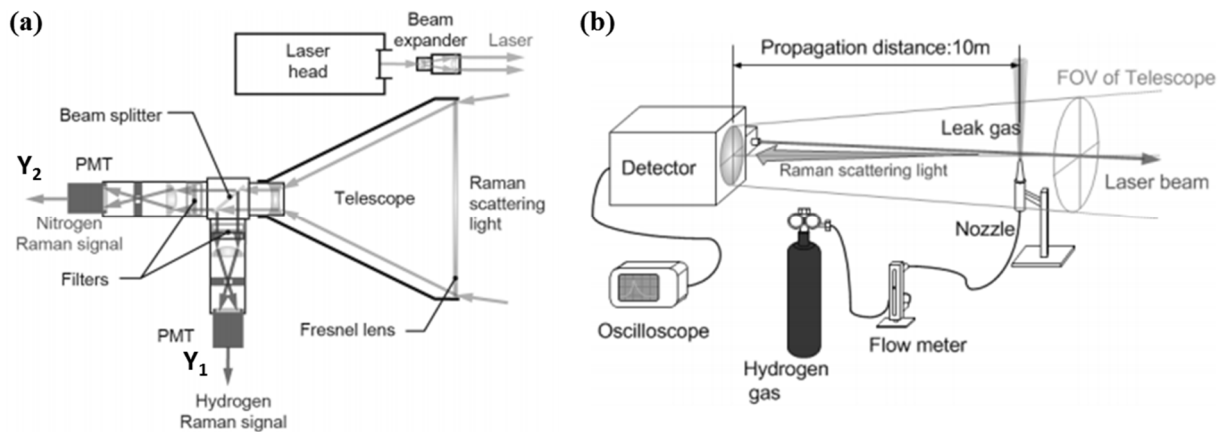
### 1.3.2.3 Lidar à diffusion Raman

Le Lidar est l'acronyme anglais de «*Light Detection And Ranging*» dont le principe de fonctionnement est voisin de celui du Radar «*RAdiometry Detection And Ranging*». La différence se situe au niveau du domaine spectral des ondes électromagnétiques exploitées, le premier utilise des lasers rayonnants dans le domaine ultraviolet, visible ou infrarouge alors que le second utilise le domaine des micro-ondes. Les premières mesures concluantes du Lidar ont été effectuées par Smullin et Fiocco [SMU62, FIO63] seulement deux ans après l'invention du premier laser fonctionnel en 1960 par Theodore Maiman [MAI60]. La technique du Lidar est utilisée actuellement dans plusieurs domaines d'application depuis le sol et depuis l'espace grâce à sa capacité de mesure spatiale et multi-paramètres (température, vitesse du vent, turbulences, détection des aérosols et des espèces chimiques...) [PEL14].

Ce qui rend difficile la détection optique de l'hydrogène est l'absence d'une bande d'absorption efficace (absorption mesurable) entre l'ultraviolet et l'infrarouge proche. C'est pourquoi, les techniques optiques conventionnelles basées sur l'absorption (ex : spectroscopie d'absorption) ne sont pas applicables pour la détection de l'hydrogène. Néanmoins, la molécule d'hydrogène présente un effet Raman très important. Il s'agit d'une diffusion inélastique de photons lorsqu'une molécule est excitée par une source de lumière intense. Ce phénomène est à l'origine d'un échange d'énergie entre le photon incident et la molécule via la création ou l'annihilation d'un photon optique, ce qui se traduit par la variation de la longueur d'onde de la lumière diffusée par rapport à la lumière incidente. Lorsque la lumière diffusée est décalée vers le rouge avec la création d'un photon, on parle de décalage de Stokes (plus grande longueur d'onde), tandis que lorsque la lumière est décalée vers le bleu avec l'absorption d'un photon, on parle de décalage anti-Stokes (plus courte longueur d'onde). Ce phénomène physique se produit uniquement dans le cas d'une molécule à l'origine d'une transition entre les niveaux d'énergie vibrationnelle et/ou rotationnelle d'une molécule et ne peut donc pas se produire au niveau atomique. La variation de la longueur d'onde suite à une diffusion de Raman est propre à chaque molécule et ne dépend pas de la longueur d'onde de la lumière excitatrice. Une explication exhaustive de la spectroscopie Raman et de son application dans le cas de la détection de l'hydrogène est présentée par Ball [BAL05].



Un dispositif Lidar est constitué dans son principe d'une source laser excitatrice impulsionnelle et d'un système de détection d'échos lumineux (lumière réfléchie) en provenance de la cible (gaz, solide ou liquide). Nous présentons dans cette partie succinctement le dispositif Lidar développé par Asahi *et al.* [ASA12] dans le cadre de leurs travaux pour la détection de fuites d'hydrogène. Leur système est constitué d'un laser impulsionnel (largeur d'impulsion = 4ns) en grenat d'yttrium-aluminium dopé au néodyme (Nd : YAG, 6mJ max) d'une longueur d'onde de 354.7nm et d'un télescope galiléen d'une ouverture de 170mm (Fig.1.9.a). Le principe de détection est basé sur la diffusion de Raman Stokes. La mesure de la concentration de l'hydrogène dans l'air se fait par un calcul du rapport entre les signaux de diffusion des molécules d'hydrogène et ceux des molécules d'azote mesurés simultanément ( $Y_1/Y_2$ , Fig.1.9.a). Les auteurs ont montré la possibilité de mesurer des concentrations allant de 0.6% à 100% d'hydrogène dans l'air à une distance de 13m de la source de fuite d'hydrogène (Fig.1.9.b).



**Figure 1.9 :** Dispositifs Lidar Raman pour la détection de l'hydrogène dans l'air [ASA12]. (a) Architecture du Lidar Raman. (b) Détection d'une fuite d'hydrogène à distance.

La Lidar se distingue principalement par son caractère de mesure à distance et en temps réel. Les études menées sur le Lidar à diffusion Raman pour la détection de l'hydrogène ont montrées des résultats prometteurs [BAL05, NIN07, MIY09, ASA12] que ce soit en termes de sensibilité, de temps de réponse ou de distance de mesure. Les énergies vibrationnelles et rotationnelles propres à chaque molécule offre à cette technique une capacité d'analyse quantitative et qualitative tant recherchées dans les systèmes de détection chimique. Il en demeure tout de même que le système dans son ensemble est volumineux, complexe, qu'il nécessite des procédures de calibrages relativement lourdes et surtout qu'il est onéreux. Par ailleurs, l'énergie relativement élevée du faisceau laser dont a besoin le système pour l'excitation des molécules peut s'avérer très dangereuse en présence de gaz inflammables tel que l'hydrogène.

### 1.3.3 Comparaison des technologies

La surveillance de la concentration de l'hydrogène dans les applications de sûreté exige l'utilisation de capteurs ayant des performances optimales, notamment en termes de sensibilité, de sélectivité, d'étendue de mesure, de temps de réponse et de recouvrement ainsi que de durée de vie [BBR10]. Les capteurs d'hydrogène commerciaux de type catalytiques, à conductivité thermique, à oxyde métallique ou électrochimiques ne satisfont toujours pas les attentes et les besoins de certaines applications telles que l'automobile (voitures à hydrogène). Ces capteurs souffrent encore de certaines limitations liées par exemple à la dépendance aux conditions atmosphériques, aux temps de réponses, à

la sélectivité, ainsi qu'à la fiabilité et à la stabilité à long-terme [BBR09, BBR10, PAL15]. Le *Tab.1.1* présente les avantages et les inconvénients de chaque famille de capteur présentée dans les parties 1.3.1-2.

Comme on peut le constater sur le *Tab.1.1*, malgré les couches sensibles ou catalytiques des capteurs chimiques, ceux-ci souffrent encore de problèmes d'interférences avec certains gaz tels que le CO. De plus, très souvent, les phénomènes de sorptions et de désorptions mis en jeux dans les couches chimiques ont une dynamique relativement lente ( $t_{90}$  : temps de réponse à 90%,  $t_{10}$  : temps de recouvrement à 10%). Par ailleurs, les capteurs à base de couche catalytique sont vulnérables à certains gaz poisons tels que le H<sub>2</sub>S et le SO<sub>2</sub> qui réduisent le nombre de sites actifs pouvant réagir avec H<sub>2</sub> [PAL15] et donc affectent la stabilité à long-terme de cette famille de capteurs. Néanmoins, les efforts considérables déployés par les chercheurs ont permis de développer des filtres et tamis moléculaires pour l'hydrogène sensés améliorer la sélectivité et éviter l'empoisonnement des capteurs chimiques d'hydrogène [LI10, LI13, HÜB11], mais souvent en défaveur de leur fiabilité [KOR14].

A l'exception du Lidar, les capteurs physiques ne présentent aucune sélectivité en raison de l'absence d'une couche sensible (*Tab.1.1*). Cependant, les propriétés physiques exceptionnelles de la molécule d'hydrogène leurs permettent de le détecter dans un mélange de gaz binaire ou dans les conditions où seul l'hydrogène est évolutif dans un mélange gazeux. L'absence de réactions chimiques et les basses températures de fonctionnement offrent aux capteurs physiques des performances exceptionnelles en termes de durée de vie (> 5ans), de stabilité, de temps de réponse (quasi-instantané) ainsi que de consommation d'énergie.

**Tableau 1.1 : Avantages et inconvénients de certains capteurs chimiques et physiques.**

	Technologie	Avantages	Inconvénients
<b>Capteurs chimiques</b>	Catalytique [BBR09]	Robuste. Stable. Grande durée de vie. Grande plage de température de fonctionnement.	Pas de sélectivité. Consommation d'énergie. Nécessité de présence de O <sub>2</sub> . Risque d'empoisonnement par les composés de P, S et Si.
	Oxydes métallique (MOX) [GU12]	Grande sensibilité. Rapidité du temps de réponse. Durée de vie acceptable. Grande plage de température de fonctionnement. Bas coût.	Faible sélectivité. Haute température de fonctionnement. Risque d'empoisonnement. Mauvaise stabilité à long-terme. Nécessité de présence de O <sub>2</sub> .
	Electrochimique [KOR09]	Grande sensibilité. Consommation faible. Résistance aux poisons. Fonctionnement en température ambiante.	Faible durée de vie. Faible stabilité à long-terme. Sensibilité au CO. Vieillessement. Relativement chers.
	Fibre optique [SIL12, JAV12]	Pas de source d'inflammation. Immunité aux ondes électromagnétiques. Grande gamme de mesure. Possibilité de mesures distribuées.	Interférences avec la lumière ambiante. Faible stabilité à long-terme. Risque d'empoisonnement de la couche sensible.
	Acoustique (SAW) [PHA12]	Grande sensibilité. Fonctionnement en température ambiante. Possibilité de communication sans fil.	Instabilité à haute température. Grande dépendance vis-à-vis de la température et de l'humidité.
<b>Capteurs physiques</b>	Conductivité thermique	Grande étendue de mesure. Robuste.	Grande limite de détection. Pas de sélectivité.

	[BBR09]	Stabilité à long-terme. Résistant aux composés empoisonnants. Simplicité de fonctionnement. Bas coût.	Consommation d'énergie.
	Acoustique [FUK12]	Grande sensibilité. Grande étendue de mesure. Réponse instantanée. Basse consommation. Stabilité long-terme. Bas coût.	Pas de sélectivité.
	Lidar [ASA12]	Grande sélectivité. Grande étendue de mesure. Mesure à distance. Détection multi-gaz.	Grande limite de détection. Source potentielle d'inflammabilité. Consommation d'énergie. Complexité du dispositif. Coût.

## 1.4 Capteurs à base de micropoutres

Une micropoutre (microlevier) est une structure mécanique de dimensions microscopiques ayant une extrémité encastrée sur un support et une extrémité libre. Les micropoutres font partie de la famille des microsystèmes électromécaniques ou MEMS en anglais (MicroElectroMechanical Systems) ayant la particularité d'avoir une partie mécanique mobile et une partie électrique fournissant l'énergie nécessaire au fonctionnement du système et assurant la récupération des informations concernant le mouvement.

L'étude et l'utilisation de poutres (en anglais cantilever) datent de la fin du 19<sup>ème</sup> siècle. La structure 'poutre' est présente dans la littérature depuis 1880 et a connu un essor à partir des années 1950. Le terme micropoutre (microcantilever) est apparu dans les années 1980 grâce à l'arrivée des technologies et procédés de la microélectronique liée à la miniaturisation des transistors et les techniques de structuration de substrat (gravures sèches et humides). Le terme nanopoutre est arrivé dans la littérature dans les années 2000.

La première application majeure des micropoutres date de 1986 avec l'invention du microscope à force atomique (AFM : Atomic Force Microscopy en anglais) par Binnig *et al.* [BIN86]. Depuis, en raison de leur grand rapport surface sur volume, de leur extrême sensibilité aux conditions environnantes et de leur compatibilité avec la technologie de fabrication microélectronique, l'utilisation des micropoutres s'est étendue à d'autres domaines d'application et principalement aux détections chimiques [LON13, GOE08], physiques [KRA13, LEM13, BIR13] et biologiques [TAM13].

Le premier capteur d'hydrogène à base de micropoutre a été présenté en 2000 par Britton *et al.* [BRI00]. Les auteurs ont utilisé un réseau de micropoutres en polysilicium fonctionnalisées au palladium pour suivre leurs déflexions statiques causées par un effet bilame entre les deux matériaux dont l'intensité dépend de la quantité d'hydrogène absorbée dans le palladium. En 2003, Baselt *et al.* [BAS03] ont utilisé exactement le même principe pour la détection d'hydrogène mais en proposant un système fonctionnel portatif destiné à la détection de fuites d'hydrogène. Le problème majeur de ces deux exemples de la littérature se situe au niveau de leurs temps de réponse et de recouvrement qui vont de quelques minutes à des dizaines de minutes ( $t_{90} \sim 5$  minutes,  $t_{10} \sim 1$  heure). Plus récemment, Patton *et al.* [PAT10] se sont intéressés à l'amélioration de la dynamique d'absorption/désorption de ce type de capteur et ont proposé des films de palladium nanoporeux ayant des dynamiques de réponse beaucoup

plus rapides ( $< 10$  secondes). Pour pallier au problème du bruit dans les micropoutres en mode statique, Henriksson *et al.* [HEN12] ont utilisé des microponts (micropoutre encastrée aux deux extrémités) résonants fonctionnalisés au palladium et ont montré que leurs capteurs ont des réponses assez rapides (quelques secondes voire millisecondes) ainsi qu'une quasi-linéarité de réponse entre 0.5% et 2.5% de  $H_2$  dans  $N_2$ .

Nous présentons, dans la suite de cette partie, les fondamentaux des micropoutres, à savoir, leur modes et théories de fonctionnement avec et sans couche sensible, les systèmes de mise en mouvement et de mesure des déplacements, le bruit ainsi les circuits oscillateurs utilisés pour le suivi de la fréquence de résonance.

## 1.4.1 Micropoutres fonctionnalisées

Les capteurs chimiques à base de micropoutres utilisent deux principes de fonctionnement : le mode statique, basé sur la mesure de la déflexion de la micropoutre (effet bilame), et le mode dynamique basé sur le suivi des variations des propriétés liées à la résonance mécanique telles que la fréquence de résonance et le facteur de qualité.

### 1.4.1.1 Mode statique

L'effet bilame a longtemps été utilisé pour la réalisation de thermomètres depuis son invention par John Harrison au début du 18<sup>ème</sup> siècle. Cet effet se produit lorsque deux plaques de matériaux différents sont solidaires (bilame) et qu'elles subissent un phénomène physique ou chimique dont l'impact est différent sur chaque matériau. Dans ces conditions, des contraintes mécaniques sont créées entre les deux plaques induisant la déformation du bilame.

Ce principe est utilisé dans les micropoutres pour suivre leurs déformations causées par une absorption ou une adsorption d'une espèce cible dans ou sur la couche sensible déposée sur la micropoutre. En effet, suite aux phénomènes de sorption, la couche sensible se dilate ou se contracte et génère des contraintes mécaniques surfaciques sur l'interface couche sensible-micropoutre induisant une déflexion statique de la poutre ( $w$ ), dont l'amplitude dépend de la concentration de l'espèce cible. Le schéma de principe est représenté sur la Fig. 1.10.

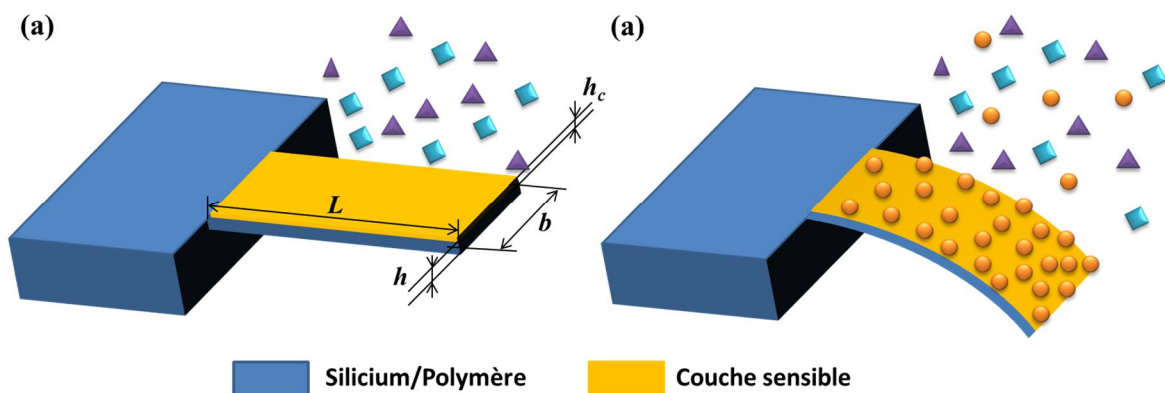


Figure 1.10 : Mode statique.

L'équation de Stoney donne une bonne prédiction de la déflexion que subit la poutre en présence de contraintes dans la couche sensible :

$$\Delta w = \frac{3L^2 h_c (1-\nu)}{Eh^2} \Delta \sigma_c \quad (1.2)$$

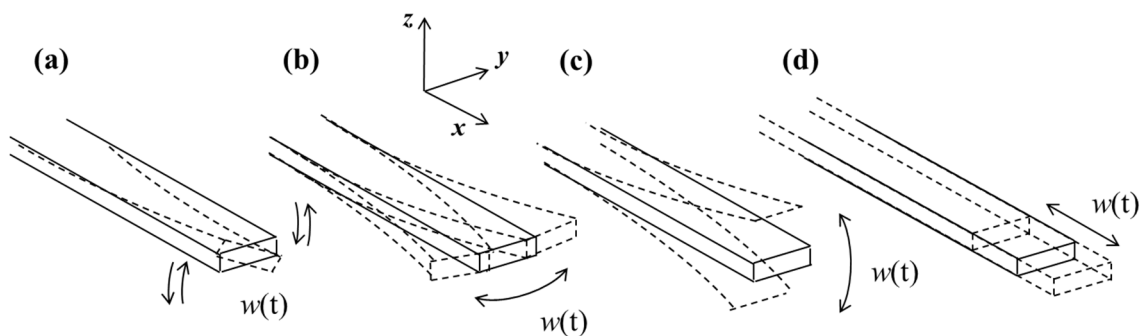
Où  $\nu$  est le coefficient de poisson du matériau de la poutre,  $E$  le module d'Young du matériau de la poutre,  $h$  l'épaisseur de la poutre,  $h_c$  l'épaisseur de la couche,  $\Delta \sigma_c$  la variation de la contrainte mécanique engendrée par la sorption du gaz par la couche sensible,  $L$  la longueur de la poutre et  $\Delta w$  la variation de la déflexion obtenue en bout de micropoutre.

#### 1.4.1.2 Mode dynamique

Lorsqu'un système mécanique est soumis à une force excitatrice périodique de fréquence particulière et d'amplitude suffisante, le système réagit avec des vibrations d'amplitudes plus importantes que celles obtenues à d'autres fréquences : il s'agit du phénomène de résonance.

Ce phénomène peut se révéler désirable pour un musicien par exemple, mais est généralement un phénomène qu'évitent les ingénieurs en génie civil. Les micropoutres résonantes ou en mode dynamique utilisent justement ce phénomène de résonance dans leur mode de fonctionnement en configuration capteur. En l'absence de pertes, la fréquence de résonance des micropoutres dépend de leur masse et de leur rigidité, tout comme le cas d'école : système masse-ressort. C'est d'ailleurs ce principe qui est utilisé dans les cordes vibrantes utilisées comme capteurs de contraintes mécaniques dans les structures en génie civil (déformations du béton) où la fréquence de résonance de la corde dépend de sa tension.

Une poutre de géométrie parallélépipédique peut avoir des résonances mécaniques se produisant dans différentes directions. Si l'on considère un plan formé par la face supérieure (plus grande surface) d'une poutre, on peut alors distinguer des déplacements : (a) en torsion, (b) en flexion latérale dans le plan, (c) en flexion transverse hors plan et (d) en élévation dans le plan comme le montre la Fig. 1.11.



**Figure 1.11 :** Mouvements a) en torsion b) en flexion dans le plan c) en flexion hors plan d) en élévation dans le plan.

Dans la suite de ces travaux, on ne s'intéresse qu'au mode de vibration en flexion hors plan, pour des raisons de simplicité de mise en œuvre et pour poursuivre des travaux préliminaires encourageants concernant la mesure de la concentration d'un gaz, à l'aide d'une micropoutre sans couche sensible.

Pour la flexion hors plan, il existe plusieurs modes qui vont du rang  $n = 1$  jusqu'à l'infini. Pour une poutre donnée, la fréquence de résonance du mode ainsi que sa forme de vibration, dépendent de la géométrie et du matériau de la structure. La Fig.1.12.a montre les quatre premiers modes de résonance hors plan d'une micropoutre de géométrie parallélépipédique dans le vide et sans pertes. On peut solliciter un mode de résonance en excitant la micropoutre à la fréquence correspondante.

Les deux théories des poutres les plus populaires utilisées dans la modélisation des micropoutres résonantes sont les modèles d'Euler-Bernoulli et de Timoshenko. Le premier néglige les forces de cisaillement ainsi que l'inertie de rotation tandis que le second les prend en considération [WAU10]. En général, le modèle d'Euler-Bernoulli suffit largement dans la modélisation des poutres résonantes à faibles déplacements, condition pour laquelle les effets de cisaillement ainsi que l'inertie rotationnelle sont négligeables [KIN98, BEA10]. C'est donc ce modèle qui est utilisé dans cette partie et dans la suite de ce manuscrit.

La résolution de l'équation différentielle d'une micropoutre résonante sans pertes internes dans le vide (pas d'influence du fluide environnant), dont les conditions de validité du modèle d'Euler-Bernoulli sont respectées, permet d'exprimer sa  $n^{ème}$  fréquence de résonance comme :

$$f_{0,nvide} = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{\lambda_n}{L} \right)^2 \sqrt{\frac{EI}{m_L}} \quad (1.3)$$

Où  $\lambda_n$  est le coefficient relatif au mode de vibration (voir aussi la partie 1.4.2.1),  $L$  la longueur de la poutre,  $E$  le module de Young du matériau,  $I = bh^3/12$  est le moment quadratique de la section d'abscisse  $x$  par rapport à l'axe  $z$  (appelé souvent par abus de langage moment d'inertie) tels que  $b$  et  $h$  sont respectivement la largeur et l'épaisseur de la poutre et  $m_L = \rho hb$  est la masse linéique de la poutre avec  $\rho$  sa masse volumique. Cette équation peut aussi s'exprimer comme :

$$f_{0,nvide} = \frac{h}{2\pi} \left( \frac{\lambda_n}{L} \right)^2 \sqrt{\frac{E}{12\rho}} \quad (1.4)$$

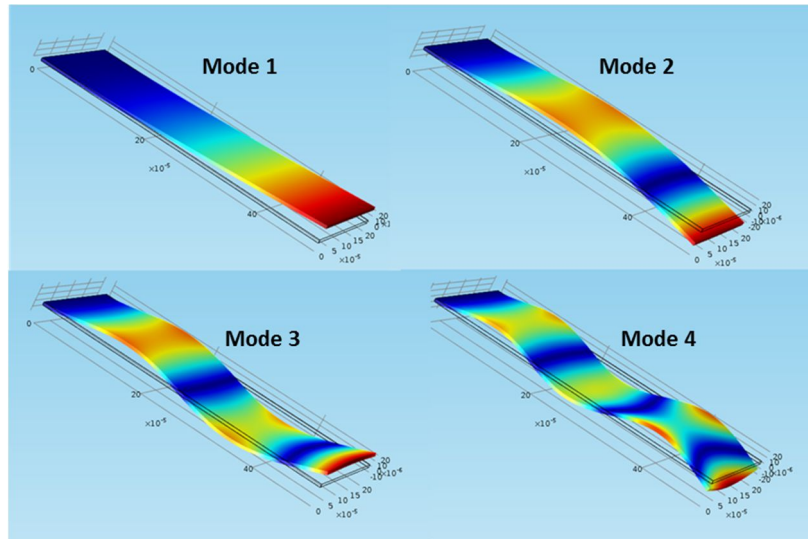


Figure 1.12 : Premiers modes de vibration de flexion hors-plan (simulation Comsol).

Les longueurs des micropoutres ne sont pas toujours suffisamment grandes devant leurs largeurs pour pouvoir appliquer les équations précédentes. Dans ce cas, les contraintes mécaniques latérales (ayant lieu dans la largeur) ne peuvent pas être négligées. Pour en tenir compte, il suffit généralement d'introduire le coefficient de Poisson  $\nu$  du matériau pour calculer son module d'Young effectif noté  $\hat{E}$  dont l'expression est dans le cas extrême :

$$\hat{E} = \frac{E}{1-\nu^2} \quad (1.5)$$

Dans la pratique, le module d'Young effectif est compris entre  $E$  et  $E/(1-\nu^2)$  [YAH01]. Ce module d'Young effectif peut alors être utilisé dans les équations précédentes à la place du module d'Young du matériau.

Parfois, il est très pratique d'assimiler une micropoutre résonante à un système masse-ressort, dont la fréquence de résonance est caractérisée par la masse et la constante de raideur. Ainsi en définissant une raideur effective  $k_{eff}$ , et une masse effective  $m_{eff}$ , la fréquence de résonance dans le vide en l'absence de pertes internes s'exprime :

$$f_{0,n \text{ vide}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_{eff}}{m_{eff}}} \quad (1.6)$$

Par convention, la raideur effective est en général choisie comme étant la raideur en bout de poutre c'est à dire le rapport entre une force ponctuelle appliquée à son extrémité libre et la déflexion qui en résulte au même point, elle peut donc s'écrire :

$$k_{eff} = \frac{3\hat{E}I}{L^3} \quad (1.7)$$

D'après l'Eq.1.6 de la fréquence de résonance, on peut ainsi en déduire l'expression de la masse effective du  $n^{ème}$  mode comme :

$$m_{eff,n} = \frac{3m}{\lambda_n^2} \quad (1.8)$$

Où  $m$  est la masse totale de la micropoutre.

Pour une micropoutre fonctionnalisée avec une couche sensible comme dans le cas de la Fig.1.10, les effets de celle-ci sur les propriétés mécaniques de la micropoutre doivent être pris en compte. Si l'on considère une poutre en silicium recouverte d'une couche sensible d'épaisseur  $h_c$ , de masse volumique  $\rho_c$  et de module d'Young  $E_c$ , on peut distinguer deux cas de figure : (1) le cas où la couche sensible est élastique (ex : Pd, Au, Pt...) et (2) le cas où la couche sensible est viscoélastique (ex : polymères). Dans les deux cas, la masse totale de la micropoutre est modifiée et la masse linéique de la poutre avec couche sensible s'exprime :

$$m_{L,c} = \rho b h + \rho_c b h_c \quad (1.9)$$

En revanche, les couches élastiques et viscoélastiques n'ont pas exactement les mêmes effets sur la rigidité de la poutre.



Si l'on prend le cas d'un matériau élastique déposé sur une poutre en silicium, la rigidité de celle-ci est modifiée et devient [DUF07] :

$$(EI)_c = \frac{b}{12} \frac{h^4 E^2 + h_c^4 E_c^2 + 2hh_c EE_c (2h^2 + 3hh_c + 2h_c^2)}{hE + h_c E_c} \quad (1.10)$$

Dans le cas d'une couche sensible viscoélastique, celle-ci dispose d'un module d'Young complexe avec une partie réelle représentant l'élasticité du matériau et une partie imaginaire représentant la viscosité du matériau. L'expression de la fréquence de résonance dans le vide (Eq.1.3) dans le cas d'une couche sensible viscoélastique s'écrit [DUF07] :

$$f_{0,nvide} = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{\lambda_n}{L} \right)^2 \sqrt{\frac{EI + E'_c I_c}{m_{L,c}}} \quad (1.11)$$

Où  $E'_c$  la partie réelle du module d'Young du matériau viscoélastique. Les moments quadratiques de la poutre ( $I$ ) ainsi que de la couche sensible viscoélastique ( $I_c$ ) s'écrivent :

$$I = \frac{bh^3}{12} + bh \left( h_N - h_c - \frac{h}{2} \right)^2 \quad (1.12)$$

$$I_c = \frac{bh_c^3}{12} + bh_c \left( h_N - \frac{h_c}{2} \right)^2 \quad (1.13)$$

Avec  $h_N$  la position dans l'épaisseur de la structure de l'axe neutre (les contraintes mécaniques sont nulles à cette profondeur) :

$$h_N = \frac{h_c}{2} + \frac{hE}{2} \frac{(h + h_c)(hE + h_c E'_c)}{(hE + h_c E'_c)^2 + (h_c E_c'')^2} \quad (1.14)$$

Avec  $E_c''$  la partie imaginaire du module d'Young de la couche viscoélastique.

Lors de détections chimiques, la fréquence de résonance est modifiée essentiellement à cause de la variation de la masse linéique de la structure mais elle peut également être modifiée par un gonflement de la couche sensible (variation de  $h_c$ ) et/ou par une modification des propriétés viscoélastiques de cette couche ( $E'_c$  et  $E_c''$ ).

#### 1.4.2 Micropoutre résonante sans couche sensible : mesure des propriétés physiques des fluides

Le comportement d'une micropoutre résonante dépend des propriétés physiques du fluide (gaz ou liquide) environnant, telles que sa viscosité et sa masse volumique. L'objet de cette partie est de mettre en équation le mouvement d'une micropoutre en mode dynamique, et de faire apparaître les paramètres influant sur sa fréquence propre et sur son facteur de qualité.



### 1.4.2.1 Résonance propre dans le vide

Compte tenu des hypothèses avancées sur les conditions de validité du modèle d'Euler-Bernoulli et dans le cas où la section est constante et homogène le long de la micropoutre (*Fig.1.11.c*), l'équation différentielle aux dérivées partielles, régissant le mouvement de flexion de la micropoutre en mode dynamique hors plan dans le vide et sans pertes internes s'écrit :

$$\hat{E}I \frac{\partial^4 w(x,t)}{\partial x^4} + m_L \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2} = 0 \quad (1.15)$$

Où  $w(x, t)$  est la déflexion au point  $x$  selon l'axe  $z$  à l'instant  $t$ ,  $I$  le moment quadratique de la section d'abscisse  $x$  par rapport à l'axe  $z$ ,  $m_L$  la masse linéique et  $\hat{E}$  le module d'Young effectif.

Cette équation ne peut être appliquée que lorsque la micropoutre respecte les conditions d'Euler-Bernoulli, à savoir :

- une section transversale uniforme et homogène.
- une longueur largement plus grande que la largeur ( $L \gg b$ ).
- une élasticité linéaire et isotrope.
- des amplitudes de vibration très faibles comparées à ses dimensions ( $w \ll h \ll b \ll L$ ).

Une écriture plus judicieuse de cette équation (*Eq.1.15*) consiste à l'exprimer dans le domaine fréquentiel. Ceci permet de suivre l'évolution de la déflexion en fonction de la fréquence et de déterminer, soit analytiquement, soit numériquement (méthodes de simulations numériques) les fréquences de résonance dans le vide associées à chaque mode de résonance de la micropoutre. En effectuant la transformée de Fourier de l'*Eq.1.15* on obtient :

$$\hat{E}I \frac{\partial^4 W(x, \omega)}{\partial x^4} - m_L \omega^2 W(x, \omega) = 0 \quad (1.16)$$

Où  $W(x, \omega)$  est la transformée de Fourier de  $w(x, t)$  et  $\omega$  la pulsation. Cette équation (*Eq.1.16*) a pour solution générale [BLE79]:

$$W(x, \omega) = A \sin\left(\lambda_n \frac{x}{L}\right) + B \cos\left(\lambda_n \frac{x}{L}\right) + C \sinh\left(\lambda_n \frac{x}{L}\right) + D \cosh\left(\lambda_n \frac{x}{L}\right) \quad (1.17)$$

Où  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  sont des constantes. L'utilisation des conditions aux limites permet la détermination de ces constantes et donne :

$$W(x, \omega) = W_0 \left( \frac{\cosh \lambda_n + \cos \lambda_n}{\sinh \lambda_n + \sin \lambda_n} \left( \sinh \frac{\lambda_n x}{L} - \sin \frac{\lambda_n x}{L} \right) + \cos \frac{\lambda_n x}{L} - \cosh \frac{\lambda_n x}{L} \right) \quad (1.18)$$

avec

$$1 + \cos \lambda_n \cosh \lambda_n = 0 \quad (1.19)$$

Tel que  $W_0$  est une amplitude de vibration constante et  $\lambda_n$  est la constante relative au mode de résonance émanant des solutions de l'*Eq.1.19* dont les valeurs des cinq premiers modes sont reportées dans le *Tab.1.2*.

**Tableau 1.2 : Valeurs de  $\lambda_n$  pour les premiers modes de résonance en flexion hors plan**

<b>n</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>
$\lambda_n$	1.875 104	4.694 091	7.854 757	10.995 54	14.922 57

### 1.4.2.2 Résonance forcée dans le fluide

Lorsqu'une micropoutre est immergée dans un gaz ou un liquide et est soumise à une force d'excitation sinusoïdale à son extrémité libre, l'équation aux dérivées partielles décrite dans Eq.1.16 devient [BRA15] :

$$\hat{E}I \frac{\partial^4}{\partial x^4} W(x, \omega) - m_L \omega^2 W(x, \omega) = F_{exc}(x, \omega) + F_{fluide}(x, \omega) \quad (1.20)$$

Où  $F_{exc}(x, \omega)$  est la force par unité de longueur dans le domaine fréquentiel excitant la micropoutre et  $F_{fluide}(x, \omega)$  est la force par unité de longueur dans le domaine fréquentiel exercée par le fluide sur la structure et qui s'oppose à son mouvement.

La force hydrodynamique par unité de longueur qu'exerce le fluide sur la structure peut s'écrire :

$$F_{fluide}(x, \omega) = -g_1(x, \omega) j\omega W(x, \omega) + g_2(x, \omega) \omega^2 W(x, \omega) \quad (1.21)$$

La force hydrodynamique exprimée dans l'Eq.1.21 est la résultante des contraintes normales et tangentielles (pressions hydrodynamiques et contraintes visqueuses) sur toutes les surfaces de la micropoutre en contact avec le fluide. Le premier terme, proportionnel à la vitesse et s'opposant à celle-ci, témoigne de la dissipation de l'énergie par frottement visqueux. Le second terme inertiel illustre l'alourdissement de la micropoutre engendré par la couche de fluide qu'elle déplace.

Il est commun de normaliser les termes  $g_1$  et  $g_2$  et ainsi de faire apparaître une fonction hydrodynamique, notée  $\Gamma$ . Cette fonction hydrodynamique, sans dimension, représente la force hydrodynamique par unité de longueur normalisée par la force par unité de longueur nécessaire à actionner (avec la même amplitude et la même fréquence) un cylindre de diamètre égal à la largeur de la poutre et de masse volumique égale à celle du fluide environnant. Ainsi, les termes  $g_1$  et  $g_2$  peuvent s'exprimer en fonction des parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique  $\Gamma$  :

$$g_1(\omega) = \frac{\pi \rho_f b^2}{4} \omega \Gamma_i(\omega) \quad (1.22)$$

$$g_2(\omega) = \frac{\pi \rho_f b^2}{4} \Gamma_r(\omega) \quad (1.23)$$

Où  $\omega$  est la pulsation de vibration de la micropoutre dans le fluide,  $\rho_f$  est la masse volumique du fluide,  $b$  est la largeur de la micropoutre et  $\Gamma_r$  et  $\Gamma_i$  sont respectivement les parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique  $\Gamma$ .

La fonction hydrodynamique résulte de l'interaction fluide-structure qui n'est pas simple dans le cas d'une géométrie de poutre parallélépipédique, contrairement au cas d'une géométrie cylindrique

possédant une solution analytique [ROS63]. Néanmoins, une solution approchée a été proposée par Sader [SAD98] qui propose une fonction de correction permettant, par une interpolation asymptotique, de déterminer la fonction hydrodynamique d'une micropoutre à section rectangulaire à partir de la fonction hydrodynamique d'une micropoutre à section circulaire. Cette solution ne permet pas cependant de séparer analytiquement les parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique.

Afin de s'affranchir de cet inconvénient, Maali *et al.* [MAA05] proposent des équations simples pour les parties réelle ( $\Gamma_r$ ) et imaginaire ( $\Gamma_i$ ) de la fonction hydrodynamique :

$$\Gamma_r = a_0 + a_1 \frac{\delta}{b} \quad (1.24.a)$$

$$\Gamma_i = b_0 \frac{\delta}{b} + b_1 \left( \frac{\delta}{b} \right)^2 \quad (1.24.b)$$

Avec  $a_0$ ,  $a_1$ ,  $b_0$  et  $b_1$  des constantes et  $\delta$  est un ordre de grandeur de l'épaisseur du fluide que déplace la micropoutre. C'est en fait l'épaisseur de fluide au-dessus de la poutre pour laquelle la vitesse est comprise entre la vitesse de vibration de la poutre et 36% (1/e) de cette vitesse, cette épaisseur  $\delta$  vaut :

$$\delta = \sqrt{\frac{2\eta_f}{\rho_f \omega}} = \frac{b}{\sqrt{2Re}} \quad (1.25)$$

Où  $Re$  est le nombre de Reynolds et  $\eta_f$  et  $\rho_f$  sont respectivement la viscosité et la masse volumique du fluide.

Pour des nombres de Reynolds compris entre 1 et 1000, les coefficients obtenus par Maali *et al.* [MAA05] sont  $a_0 = 1.0553$ ,  $a_1 = 3.7997$ ,  $b_0 = 3.8018$ ,  $b_1 = 2.736$ .

Pour la force d'excitation (ou d'actionnement), on ne s'intéresse qu'au cas d'une force ponctuelle appliquée à l'extrémité libre de la poutre. On définit alors dans le domaine fréquentiel la force d'excitation linéique qui est nulle partout sauf à l'extrémité libre de la poutre :

$$F_{exc}(x, \omega) = F_0(\omega) \delta(x - L) \quad (1.26)$$

Où  $F_{exc}$  est la force d'excitation linéique, pour toute abscisse  $x$ , dans le domaine fréquentiel et  $F_0$  est la force sinusoïdale dans le domaine fréquentiel appliquée au bout de la poutre et  $\delta(x)$  est la fonction de dirac ( $m^{-1}$ ).

L'équation différentielle (Eq. 1.20) devient alors :

$$\frac{\partial^4}{\partial x^4} W(x, \omega) - A^4(\omega) W(x, \omega) = 0 \quad (1.27)$$

Tel que :

$$A(\omega) = \left( \frac{m_L \omega^2}{\hat{E}I} \left( 1 + \frac{g_2(\omega) - j \frac{g_1(\omega)}{\omega}}{m_L} \right) \right)^{1/4} \quad (1.28)$$

La force d'excitation  $F_{exc}$  est appliquée juste en  $x = L$  et est nulle ailleurs, donc on peut ne la faire intervenir que dans les conditions limites. La solution générale de l'équation différentielle *Eq.1.27* est de la même forme que l'*Eq.1.17*. Les constantes  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  se déduisent par les conditions aux limites suivantes :

$$W(x, \omega)|_{x=0} = 0 \quad (1.29.a)$$

$$\frac{\partial}{\partial x} W(x, \omega) \Big|_{x=0} = 0 \quad (1.29.b)$$

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} W(x, \omega) \Big|_{x=L} = 0 \quad (1.29.c)$$

$$\frac{\partial^3}{\partial x^3} W(x, \omega) \Big|_{x=L} = \frac{F_{exc}(L, \omega)}{\hat{E}I} \quad (1.29.d)$$

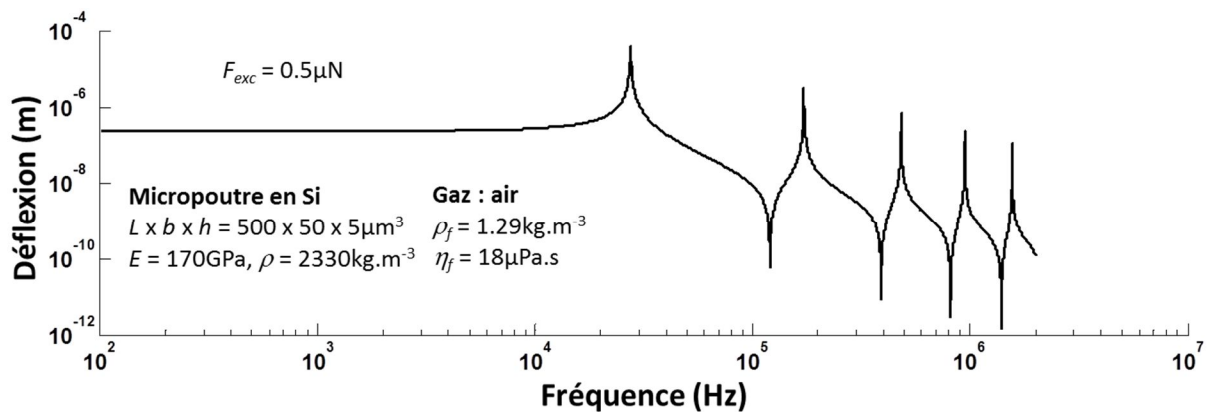
La solution de l'équation différentielle *Eq.1.27* qui régit le comportement de la micropoutre en vibration, en tout point le long de l'axe des abscisses ( $x$ ) et en présence d'un fluide environnant et d'une force d'excitation ponctuelle appliquée en bout de la micropoutre est donnée par :

$$W(x, \omega) = \frac{F_{exc}(L, \omega) [(\cosh AL + \cos AL)(\sinh Ax - \sin Ax) + (\sinh AL + \sin AL)(\cos Ax - \cosh Ax)]}{\hat{E}IA^3(1 + \cos AL \cosh AL)} \quad (1.30)$$

Si l'on se restreint juste au bout de la micropoutre (extrémité libre), la déflexion vaut :

$$W(L, \omega) = \frac{F_{exc}(L, \omega)(\sinh AL \cos AL - \cosh AL \sin AL)}{\hat{E}IA^3(1 + \cos AL \cosh AL)} \quad (1.30)$$

La *Fig.1.13* montre le spectre de résonance faisant apparaître les cinq premiers modes de résonance d'une micropoutre dans l'air, obtenu en utilisant l'*Eq.1.30*.



**Figure 1.13 :** Déflexions d'une micropoutre en fonction de la fréquence de la force d'excitation dans l'air.

Jusqu'ici, nous n'avons parlé que de la fréquence de résonance dans le vide notée  $f_{0,n \text{ vide}}$ . En effet, la fréquence de résonance et la fréquence propre se confondent dans le vide en raison de l'absence

de pertes. En revanche, ces deux fréquences doivent être distinguées en dehors du vide, notamment dans le cas d'une résonance fortement amortie (faible facteur de qualité) comme le cas du fonctionnement en milieu liquide. Dorénavant, ces deux paramètres seront séparés et on parlera plus souvent de la fréquence propre qui sera introduite dans la partie suivante.

### 1.4.2.3 Variation de la fréquence de résonance et du facteur de qualité

Toujours dans le cas d'une micropoutre résonante dans un milieu fluide (gaz ou liquide) excitée par une force ponctuelle à son extrémité libre, la fonction de transfert du système est le rapport entre la transformée de Fourier de l'amplitude des oscillations en bout de poutre et la transformée de Fourier de la force d'excitation :

$$H(L, \omega) = \frac{W(L, \omega)}{F_0(L, \omega)} \quad (1.31)$$

Où  $W(L, \omega)$  et  $F_0(L, \omega)$  sont respectivement la déflexion et la force d'excitation en bout de poutre et  $H(L, \omega)$  est la fonction de transfert mécanique au bout de la poutre.

En exploitant les équations présentées précédemment, la fonction de transfert mécanique pour les fréquences basses en régime linéaire (faibles déplacements), ne faisant pas intervenir les modes de vibration d'ordres supérieurs, peut être simplifiée et assimilée au modèle classique d'un système passe-bas du second ordre :

$$H(L, f) \approx \frac{H_0}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + j \frac{1}{Q} \frac{f}{f_0}} \quad (1.32)$$

Où  $H_0$  est le gain statique de la fonction de transfert,  $Q$  le facteur de qualité de ce mode dans le fluide et  $f_0$  est la fréquence propre du premier mode de résonance dans le fluide et qui correspond à un déphasage de  $-\pi/2$  entre le déplacement et la force d'excitation.

Compte tenu de toutes les hypothèses faites jusqu'ici, la fréquence propre et le facteur de qualité dû aux pertes dans le fluide peuvent alors s'exprimer de la façon suivante :

$$f_0 = \frac{f_{0, \text{vide}}}{\sqrt{1 + \frac{g_2(f_0)}{m_L}}} \quad (1.33)$$

$$Q = \frac{2\pi m_L \sqrt{1 + \frac{g_2(f_0)}{m_L}}}{g_1(f_0)} f_0 \quad (1.34)$$

Où  $f_{0, \text{vide}}$  est la fréquence propre de la micropoutre dans le vide (absence de fluide) correspondant à Eq.1.3 ou Eq.1.4 avec  $\lambda_n = \lambda_1 = 1.875\ 104$  (Tab.1.2).

Dans un système passe-bas du second ordre, la fréquence de résonance est définie comme étant la fréquence d'excitation pour laquelle la micropoutre a une amplitude d'oscillation maximale :

$$f_r = f_0 \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}} \quad (1.35)$$

On remarque que lorsque  $Q$  tend vers l'infini,  $f_r \approx f_0$ , ce qui est le cas dans le vide en raison de l'absence de pertes ou dans le cas des résonateurs mécaniques à très haut facteur de qualité. Cette relation peut aussi s'écrire :

$$f_r = f_{0, \text{vide}} \frac{\sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}}}{\sqrt{1 + \frac{g_2}{m_L}}} \quad (1.36)$$

Si l'on considère de petites variations de la viscosité et de la masse volumique du fluide et sous l'hypothèse que  $\frac{\pi \rho_f b}{4 \rho h} a_0 \ll 1$ , la linéarisation des variations relatives de la fréquence propre et du facteur de qualité donne :

$$\frac{df_0}{f_0} = -\frac{\pi \rho_f b}{8 \rho h} \left( \left( a_0 + \frac{a_1 \delta}{2b} \right) \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \left( \frac{a_1 \delta}{2b} \right) \frac{d\eta_f}{\eta_f} \right) \quad (1.37)$$

$$\frac{dQ}{Q} = -\frac{1}{2} \left( \frac{d\rho_f}{\rho_f} + \frac{d\eta_f}{\eta_f} \right) \quad (1.38)$$

Etant donné que le fluide étudié dans ces travaux est un gaz, l'indice  $f$  dans  $\rho_f$  et  $\eta_f$  est remplacé par l'indice  $g$  dans la suite de ce manuscrit afin de désigner les propriétés du gaz.

### 1.4.3 Actionnement électromagnétique

L'actionnement n'est nécessaire que dans le cas de l'utilisation des poutres en mode dynamique. En effet, une force d'excitation pour solliciter un mode de résonance particulier est nécessaire dans les MEMS résonant en général. L'intensité nécessaire pour cette force d'actionnement dépend à la fois de la géométrie et du matériau de la micropoutre. Depuis l'apparition des MEMS/NEMS, plusieurs techniques d'actionnement ont été développées non seulement pour les micropoutres, mais aussi pour les accéléromètres [HAL08], les micromiroirs optiques [MAR05], les gyroscopes à force de Coriolis [ZOT12], *etc.* Parmi les modes d'actionnement les plus populaires on peut citer : l'actionnement électrothermique, électrostatique, piézoélectrique et électromagnétique [KAA09]. Dans cette partie, seul l'actionnement électromagnétique utilisé dans la suite de ces travaux de recherche est présenté. Cependant, un tableau comparatif des avantages et des inconvénients de chaque méthode d'actionnement est présenté (Tab. 1.3).

**Tableau 1.3 : Avantages et inconvénients des différents types d'actionnement**

	Avantages	Inconvénients
<b>Electromagnétique</b>	Basse consommation d'énergie. Possibilité de générer des forces élevées (aimant). Simplicité de mise en œuvre.	Difficultés de miniaturisation (aimants ou bobines).

<b>Electrostatique</b>	Simplicité des matériaux et des procédés. Possibilité de miniaturisation.	Compromis entre les amplitudes de la force et du déplacement. Limitations liées à l'effet du pull-in.
<b>Piézoélectrique</b>	Possibilité de provoquer de relativement grands déplacements.	Procédés de fabrication complexes. Dégradation des performances en basses fréquences.
<b>Electrothermique</b>	Possibilité de provoquer de grands déplacements. Temps de réponse relativement faible.	Consommation d'énergie relativement importante. Sensibilité à la température ambiante.

Le principe de l'actionnement électromagnétique est basé sur la force de Lorentz. Cette force  $\vec{F}$  est générée en présence d'un courant électrique et d'un champ magnétique. Elle s'exprime de la façon suivante :

$$\vec{F} = l \vec{i} \wedge \vec{B} \quad (1.39)$$

Tels que  $l$  est la longueur de parcours du courant dans la direction considérée,  $\vec{i}$  est le vecteur courant,  $\vec{B}$  est le vecteur induction magnétique (appelé par la suite champ magnétique par abus de langage) et  $\vec{F}$  est la force de Lorentz.

Pour générer cette force, il est donc indispensable de disposer d'une source de champ magnétique en plus d'un courant électrique. Cette source de champ peut être soit un aimant permanent soit une bobine électromagnétique. L'avantage de la première solution c'est qu'elle ne consomme aucune énergie et permet de disposer d'un champ magnétique considérable (quelques centaines de milliTesla), tandis que la seconde solution consomme non seulement de l'énergie, mais génère généralement des champs électromagnétiques plus faibles.

La Fig.1.14 montre un exemple d'actionnement électromagnétique d'une micropoutre. Lorsqu'un courant électrique alternatif  $\vec{i}(t)$  circule dans le conducteur passant en bordure de la poutre, en présence d'un champ magnétique constant  $\vec{B}$  dirigé selon l'axe  $x$ , une force de Lorentz alternative  $\vec{F}(t)$  est créée sur l'extrémité libre de la poutre conformément à l'Eq.1.39.

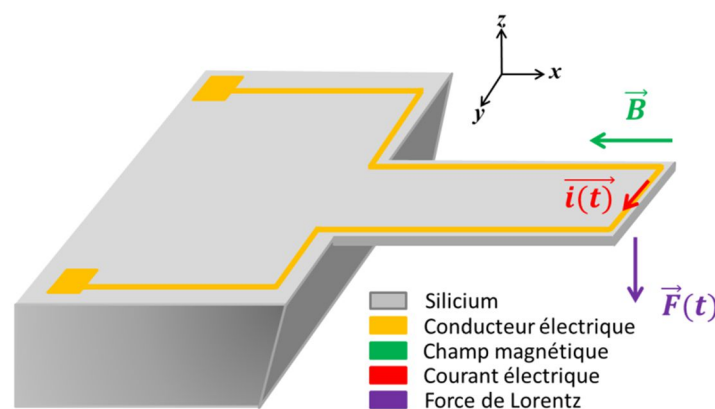


Figure 1.14 : Actionnement d'une micropoutre par la force de Lorentz.

Dans le cas des MEMS à base de la technologie silicium, la rigidité des structures mécaniques est importante, ce qui nécessite en général des forces conséquentes pour les mettre en mouvement. Ceci passe en général par le déploiement de courants ou de tensions relativement élevés, ce qui a comme conséquence une consommation d'énergie relativement élevée. De plus, dans le cas des actionnements nécessitant des courants (ex : électromagnétique et électrothermique), lorsque ceux-ci sont relativement élevés, ils peuvent être une source d'échauffement considérables pouvant altérer les performances des microstructures (diminution de la rigidité, effet bilame, *etc.*). C'est pour cette raison que l'utilisation de l'actionnement électromagnétique avec un aimant permanent est l'une des méthodes d'actionnement les plus efficaces, car elle permet de limiter les courants, donc l'échauffement et la consommation de l'énergie. Ce mode d'actionnement est à privilégier surtout lorsque la miniaturisation des dispositifs ne fait pas partie du cahier des charges.

#### 1.4.4 Détection piézorésistive

L'effet piézorésistif a été découvert pour la première fois en 1856 par Lord Kelvin lorsqu'il a remarqué un changement de la résistance électrique avec l'élongation de fils de fer et de cuivre. En effet, l'application d'une déformation mécanique dans un matériau change sa résistance électrique ce qui est appelé l'effet piézorésistif. La piézorésistivité est largement utilisée dans les applications de mesure de contraintes mécaniques à l'origine de forces de tensions, de compression et de cisaillement. Ces contraintes peuvent donc être quantifiées par la mesure de la variation de la résistance causée par l'effet piézorésistif, une telle résistance est couramment appelée une jauge de déformation. C'est ce mode de mesure de déformations mécaniques qui a été utilisé dans ces travaux de thèse pour la mesure et la détection des vibrations des microstructures et c'est seulement ce mode de transduction qui est présenté. Il existe, bien évidemment, d'autres méthodes de détection telles que la mesure optique, capacitive, piézoélectrique et électromagnétique [BEE04]. Une comparaison des avantages et des inconvénients des méthodes les plus utilisées est présentée sur le *Tab. 1.4*.

**Tableau 1.4 : Avantages et inconvénients des différents modes de détection du mouvement.**

	Avantages	Inconvénients
<b>Mesure capacitive</b>	Simplicité de mise en œuvre. Temps de réponse. Basse consommation d'énergie.	Miniaturisation/sensibilité : compromis. Complexité du circuit de conditionnement. Sensibilité à l'environnement.
<b>Mesure piézorésistive</b>	Bonne sensibilité. Simplicité de mise en œuvre. Miniaturisation.	Dissipation, dérive et bruit thermiques.
<b>Mesure optique</b>	Grandes précision et sensibilité. Temps de réponse.	Difficultés d'intégration/miniaturisation. Complexité de mise en œuvre.
<b>Mesure piézoélectrique</b>	Possibilité d'actionnement et de détection combinés.	Bruit relativement élevé. Procédés de fabrication complexes. Nécessité de découplage.
<b>Mesure électromagnétique</b>	Possibilité d'actionnement et de détection combinés.	Miniaturisation. Nécessité de découplage.

Les jauges de déformation sont très utilisées dans le domaine des MEMS/NEMS pour la mesure des déplacements donnant lieu à des déformations mécaniques [BAR09]. La résistance électrique d'un matériau est donnée par la loi suivante :



$$R = \rho_e \frac{l_e}{A} \quad (1.40)$$

Où  $\rho_e$  est la résistivité électrique du matériau,  $l_e$  sa longueur et  $A$  la surface de sa section transversale. Pour de faibles variations relatives des différents paramètres, la variation relative de la résistance est donnée par :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho_e}{\rho_e} + \frac{\Delta l_e}{l_e} - \frac{\Delta A}{A} \quad (1.41)$$

Où le premier terme représente la variation relative de la résistivité, le second terme l'élongation et troisième terme la variation relative de la section.

L'Eq.1.41 montre que la résistance électrique d'un matériau peut être modifiée soit par un changement de sa géométrie ( $l_e$  et/ou  $A$ ), soit par un changement de la résistivité électrique du matériau ( $\rho_e$ ). Ceci prouve que l'effet piézorésistif existe dans tous les matériaux et il est d'autant plus remarquable lorsque ce matériau présente des grands changements de résistivité ( $\Delta \rho_e / \rho_e$ ). C'est le cas des matériaux semiconducteurs et plus particulièrement du silicium dont l'effet piézorésistif est principalement dû à la variation de résistivité. Quant aux métaux, généralement, c'est la modification de leurs géométries qui est en grande partie responsable de cet effet.

Par ailleurs, le coefficient utilisé pour caractériser l'effet piézorésistif est le facteur de jauge  $F_j$  défini comme étant le rapport entre la variation relative de la résistance et la déformation :

$$F_j = \frac{\Delta R / R}{\Delta l_e / l_e} \quad (1.42)$$

Le Tab.1.5 montre les valeurs des facteurs de jauge de certains matériaux. On y remarque que le silicium monocristallin (MC) a les meilleurs facteurs de jauge allant de -102 à 135, ce qui le rend très attractif pour les applications de capteurs piézorésistifs.

**Tableau 1.5 :** Valeurs des facteurs de jauge pour certains matériaux [KAA09].

Matériau	Facteur de jauge $F_j$
Al	1.4
Cu	2.1
Ni	-12.62
Pt	2.60
Si (MC)	-102 à 135
Si (poly)	-30 à 40

La variation relative de résistance dans les matériaux semiconducteurs est principalement due aux variations de la résistivité contrairement aux métaux. En négligeant les termes géométriques, l'Eq.1.42 devient :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho_e}{\rho_e} \quad (1.43)$$

Pour une piézorésistance soumise à des contraintes mécaniques longitudinales et transversales, la variation relative de la résistivité s'écrit :

$$\frac{\Delta\rho_e}{\rho_e} = \pi_L \sigma_L + \pi_T \sigma_T \quad (1.44)$$

Où  $\pi_L$  et  $\pi_T$  sont respectivement les coefficients piézorésistifs longitudinaux et transversaux du matériau et  $\sigma_L$  et  $\sigma_T$  sont respectivement les contraintes mécaniques longitudinales et transversales que subit le matériau.

Cette dernière expression peut être aussi exprimée en fonction de la déformation du matériau :

$$\frac{\Delta\rho_e}{\rho_e} = \gamma_L \varepsilon_L + \gamma_T \varepsilon_T \quad (1.45)$$

Où  $\gamma_L$  et  $\gamma_T$  sont respectivement les coefficients d'élastorésistance ( $\gamma = E\pi$ ) du matériau et  $\varepsilon_L$  et  $\varepsilon_T$  sont respectivement les déformations longitudinales et transversales du matériau.

Pour trouver le facteur de jauge dans le cas d'un matériau semiconducteur, il suffit de diviser l'expression précédente par la déformation longitudinale ce qui donne :

$$F_{j\text{sem}} = \gamma_L - \gamma_T \nu \quad (1.46)$$

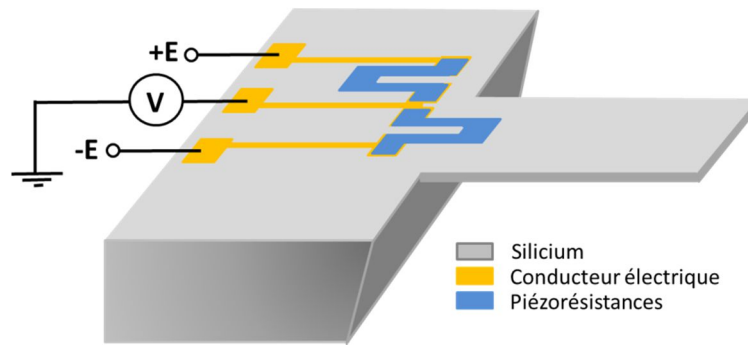
Où  $\nu$  est le coefficient de Poisson.

Le *Tab.1.6* donne les valeurs des coefficients piézorésistifs longitudinaux et transversaux du silicium pour différentes directions cristallines et pour des petites et moyennes concentrations de dopage ( $n < 10^{17} \text{cm}^{-3}$ ) de type-n et type-p.

**Tableau 1.6 : Coefficients piézorésistifs longitudinaux et transversaux du silicium [KAA09].**

	Type-n			Type-p		
	[100]	[110]	[111]	[100]	[110]	[111]
$\pi_L [10^{-11} \text{ Pa}^{-1}]$	-102.2	-31.2	-7.5	6.6	71.8	93.5
$\pi_T [10^{-11} \text{ Pa}^{-1}]$	53.4	-17.6	6.1	-1.1	-66.3	44.6

Lorsque les piézorésistances sont utilisées comme jauge de déformation, elles sont placées et orientées de manière à ce qu'elles subissent le maximum de déformation mécanique. Dans le cas des micropoutres, les jauges de déformation sont généralement placées à l'encastrement en surface de la structure, là où les déformations mécaniques sont maximales. Parfois, une autre jauge est intégrée sur le substrat fixe et sert de jauge de référence (*Fig.1.15*). Les deux jauges sont alors montées en configuration demi-pont de Wheatstone afin de transformer les variations de résistance en variation de tension, mais aussi pour compenser les effets thermiques pouvant se produire dans les jauges. A noter que les deux piézorésistances peuvent aussi être montées dans un pont de Wheatstone complet avec deux résistances supplémentaires.



**Figure 1.15 :** Mesure de déformation mécanique à l'encastrement d'une micropoutre par une jauge piézorésistive. Une autre piézorésistance est placée sur le substrat fixe comme résistance de référence.

### 1.4.5 Sources de bruit dans les micropoutres

Le bruit dans un système est tout signal perturbateur interférant avec le signal utile, induisant des fluctuations de ce signal et dégradant ainsi ses performances. Dans les systèmes MEMS/NEMS, les sources de bruit peuvent être d'origines intrinsèques ou extrinsèques.

Dans le cas des micropoutres, le bruit externe provient de l'ambiance du système et peut avoir des origines électromagnétiques ou mécaniques (vibrations et ondes acoustiques) ou tout autres fluctuations des paramètres physiques de l'environnement, telles que la température, la pression et l'humidité [MOH10]. L'ampleur de ce bruit dépend donc de l'environnement ; ainsi, une bonne encapsulation (packaging) et un bon contrôle des paramètres environnementaux peuvent considérablement réduire l'intensité de ce bruit. C'est pourquoi, les recherches sont plutôt orientées vers une compréhension beaucoup plus pertinente des sources de bruit internes dans les MEMS en général, afin de réduire leur impact sur les performances, notamment en terme de limite de détection (*LDD*) dans le cas des applications capteurs. Dans cette partie, nous présentons brièvement les principales sources de bruit intrinsèques dans les micropoutres à détection piézorésistive, à savoir : le bruit thermique, le bruit de grenaille ainsi que le bruit de Flicker.

#### 1.4.5.1 Bruit de Johnson

Le bruit thermique est souvent assigné à Johnson qui l'a observé pour la première fois en 1928 et dont l'explication théorique a été établie par Nyquist plus d'une année plus tard. Ce type de bruit est propre et général à toutes les résistances électriques puisqu'il est la conséquence de l'agitation thermique des porteurs de charge (électrons) dans un conducteur en équilibre thermique, il ne peut donc jamais être éliminé.

La densité spectrale de puissance (exprimée en  $V^2/Hz$ ) du bruit de Johnson ne dépend pas de la fréquence (bruit blanc) et peut être calculée à partir de :

$$S_j = 4k_B T R \quad (1.47)$$

Où  $k_B$  est la constante de Boltzmann (J/K),  $T$  la température moyenne de la piézorésistance (K) et  $R$  la résistance électrique ( $\Omega$ ).

Généralement, le bruit de Johnson est modélisé par une source de tension en série avec une résistance idéale non 'bruyante'. La valeur efficace que délivre cette source de tension est la racine

carrée de l'intégrale de la densité spectrale de puissance (Eq.1.47) relevée sur une bande de fréquence de mesure  $B$ , ce qui donne :

$$V_j = \sqrt{4k_B T R B} \quad (1.48)$$

Pour minimiser ce bruit, il est donc important de diminuer dans les piézorésistances, la température, la résistance électrique ainsi que la bande de fréquence de mesure.

Si l'on considère le demi-pont piézorésistif présenté sur la Fig.1.15, polarisé en  $\pm E$  avec  $R_0$  la piézorésistance fixe de référence et  $R_0 + \Delta R$  la piézorésistance placée sur la micropoutre (proche de l'encastrement), la tension de sortie (point milieu du demi-pont)  $V_s$  peut s'écrire :

$$V_s = \frac{\Delta R}{2R_0 \left(1 + \frac{\Delta R}{2R_0}\right)} E \approx E \frac{\Delta R}{2R_0} \quad (1.49)$$

On remarque que cette tension de sortie dépend de la sensibilité intrinsèque de la piézorésistance ( $\Delta R/R$ ) ainsi que des tensions de polarisation. Par conséquent, pour augmenter le rapport signal (Eq.1.49) sur bruit (Eq.1.48) du demi-pont piézorésistif, il convient d'augmenter les tensions de polarisation ( $\pm E$ ).

Par ailleurs, un autre type de bruit thermique se produit dans les micropoutres, il s'agit du bruit thermomécanique engendré par les collisions ou impacts aléatoires des molécules sur la microstructure. Ce phénomène est plus connu sous le nom du mouvement Brownien qui sera abordé dans la partie 3.6.1.3 du chapitre 3.

#### 1.4.5.2 Bruit de Schottky

Le bruit de grenaille ou bruit de Schottky est une fluctuation aléatoire du courant électrique liée à la structure discontinue de la matière (barrière de potentiel). Schottky est le premier à avoir observé ce bruit en 1918, suite à son observation de l'émission d'électrons de la cathode d'un tube à vide à des instants aléatoires. Dans les semiconducteurs, ce bruit est dû à la diffusion des paires électron-trou à travers une jonction.

La densité spectrale de puissance de ce bruit de courant (exprimée en  $A^2/Hz$ ) est aussi un bruit blanc selon le modèle idéal de Schottky :

$$S_S = 2q_e I \quad (1.50)$$

Où  $q_e$  est la charge d'un électron et  $I$  le courant moyen traversant la barrière de potentiel.

La valeur efficace de ce bruit de courant est la racine carrée de l'intégrale de la densité spectrale de puissance et vaut:

$$I_s = \sqrt{2q_e I B} \quad (1.51)$$

Tel que  $B$  est la bande de fréquence de mesure.

Contrairement au bruit thermique qui ne dépend pas de la tension appliquée, le bruit de grenaille dépend du courant circulant dans la jonction. Dans un conducteur parfait, ce type de bruit n'existe pas. En revanche, dans les piézorésistances, ce bruit provient en grande partie des interfaces ou contact

métal-semiconducteur pouvant avoir des barrières de potentiel allant de 0.2V à 0.4V si les procédures de fabrication ne sont pas respectées [KAA09].

#### 1.4.5.3 Bruit de Flicker

Le bruit de Flicker est inversement proportionnel à la fréquence, c'est pour cela qu'il est aussi nommé bruit en  $1/f$ , ce qui signifie qu'il s'agit d'un bruit prépondérant aux basses fréquences (bruit rose). Son origine est imputée principalement à la fluctuation de la mobilité des porteurs de charge. Ce bruit peut être modélisé par la formule expérimentale de Hooges exprimant sa densité spectrale de puissance. La racine carrée de l'intégrale de cette dernière donne la valeur efficace de sa tension [KAA09]:

$$V_F = \sqrt{\frac{\alpha}{fN}} V \quad (1.52)$$

Où  $V_F$  est la tension efficace correspondant au bruit de Flicker,  $V$  la tension moyenne aux bornes de la piézorésistance,  $N$  le nombre de porteur de charge,  $f$  la fréquence et  $\alpha$  le facteur de Hooge qui dépend des paramètres des matériaux ainsi que du processus de fabrication.

A très basses fréquence ( $\sim$ courant continu), le bruit de Flicker peut être beaucoup plus important que le bruit de Johnson. D'autre part, lorsque l'on augmente la tension  $V$ , ceci n'a pas d'influence sur le rapport signal sur bruit de la piézorésistance. A noter aussi qu'en raison de la dépendance de ce bruit vis-à-vis du nombre de porteur de charge ( $N$ ), la réduction de ce bruit peut être envisagée en augmentant leur densité (porteurs de charge) lors du dopage du semiconducteur (Si) de manière optimale pour ne pas dégrader la sensibilité des piézorésistances.

#### 1.4.6 Oscillateurs à base de micropoutres

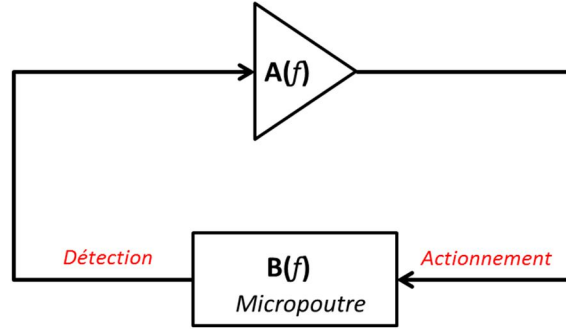
Dans le chapitre 2, les méthodes spectrales permettant de suivre les variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité dans les résonateurs sont abordées. Dans cette partie, nous présentons des circuits de conditionnement électroniques utilisés dans les résonateurs pour les maintenir en oscillations permanentes sur un point de fonctionnement correspondant à la résonance. Cette approche est très avantageuse car elle permet de mesurer directement la fréquence de résonance en mesurant la fréquence des oscillations sans acquisition de spectre et sans traitements particuliers.

Etant donné le comportement sélectif et résonant des micropoutres en mode dynamique, celles-ci peuvent être utilisées dans des circuits oscillants tout comme les microbalances à quartz [EIC99]. Par ailleurs, des boucles de contre-réaction positive sont aussi utilisées pour augmenter artificiellement et de manière spectaculaire le facteur de qualité du système (résonateur plus boucle de contre-réaction) en jouant sur les paramètres phase et/ou gain [TAM01, ABA01, KUC14]. Dans cette partie, nous présentons les deux circuits simples et classiques répandus dans la littérature, permettant de forcer-maintenir les oscillations et de faciliter la mesure et l'intégration des oscillateurs à base de micropoutres. Ces deux topologies sont : oscillateur à boucle fermée et l'oscillateur à base de PLL.

### 1.4.6.1 Oscillateur à boucle fermée

Les oscillateurs quasi-sinusoïdaux sont composés d'un amplificateur et d'un filtre sélectif résonant (dans le cas des micropoutres, un filtre passe-bas avec facteur de qualité élevé) formant un système bouclé. Soit le schéma de principe de la Fig.1.16 composé d'un amplificateur et d'une micropoutre résonante, respectivement, de fonctions de transfert  $A(f)$  et  $B(f)$ . La fonction de transfert en boucle fermée s'écrit :

$$G(f) = \frac{B(f)}{1 - A(f)B(f)} \quad (1.53)$$



**Figure 1.16 :** Schéma de principe d'un oscillateur à boucle fermée. L'entrée du système bouclé est l'entrée de la micropoutre, c'est-à-dire, l'entrée 'actionnement'.

Pour que des oscillations puissent s'établir il faut que le système soit instable. Si l'on applique le critère de Nyquist avec les notations adoptées, il faut que lorsque le produit  $A(f)B(f)$  est réel, celui-ci doit être plus grand que la valeur 1. Ceci constitue la condition de démarrage de l'oscillateur. Lorsque l'oscillateur démarre, ce sont les non-linéarités du montage (dans ce cas les saturations de la partie amplificateur) qui limitent ensuite la divergence des signaux électriques. En régime permanent il faut donc remplacer le gain  $A(f)$  par un gain  $A_{NL}(V_e)$  correspondant au gain au sein du premier harmonique ( $V_e$  étant l'amplitude du signal d'entrée de l'amplificateur). Le régime permanent est atteint lorsque le système ne diverge plus et donc lorsque, la condition de Barkhausen est vérifiée :

$$A_{NL}(V_e)B(f) = 1 \quad (1.54)$$

De façon générale les fonctions de transfert de l'amplificateur en régime linéaire et en régime non linéaire, peuvent s'écrire :

$$A(f) = A_0 e^{j\theta_0} \quad (1.55.a)$$

$$A_{NL}(V_e) = A_{NL0} e^{j\theta_0} \quad (1.55.b)$$

Avec  $A_0$  et  $A_{NL0}$  les modules des fonctions de transfert et  $\theta_0$  leur phase.

Compte tenu de ces expressions et de l'expression de la fonction de transfert des micropoutres (assimilées à un système passe-bas du second ordre, Eq.1.32 telle que la phase à la résonance,  $\phi_0$ , vaut  $-\pi/2$ ), le régime permanent est solution de :

$$\frac{A_{NL0} H_0 e^{j\theta_0}}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + \frac{j}{Q} \frac{f}{f_0}} = 1 \quad (1.56)$$

Pour que le régime permanent s'établisse à la fréquence propre,  $f_0$ , de la micropoutre, il faut que l'amplificateur déphase les signaux de  $\theta_0 = \pi/2$  pour garantir:

$$\varphi_0 + \theta_0 = 0 \quad (1.57)$$

En choisissant un amplificateur qui vérifie cette condition concernant la phase, le gain en régime linéaire est choisi de façon à ce que la condition de démarrage soit vérifiée, donc :

$$A_0 \geq \frac{1}{H_0 Q} \quad (1.58)$$

Avec un tel montage il est donc possible de suivre en temps réel l'évolution de la fréquence propre de la micropoutre en mesurant la fréquence des signaux du montage. Il est également possible d'ajouter à ce montage un contrôle automatique de gain, ainsi la tension de contrôle du gain qui sert à compenser les pertes de la microstructure est une image de son facteur de qualité [MAN14].

#### 1.4.6.2 Résonateur à boucle à verrouillage de phase

La boucle à verrouillage de phase ou PLL (Phase-Locked Loop, en anglais) permet, par le biais d'un asservissement de la phase, de reproduire ou de moduler la fréquence d'un signal en son entrée. Les PLL sont utilisées dans les résonateurs pour la bonne et simple raison qu'elles permettent de produire des signaux plus propres (meilleur rapport signal sur bruit) et donc des meilleures précisions sur la mesure de la fréquence de résonance [TAM01, WAS14].

Une PLL est composée de trois briques fondamentales (*Fig.1.17*) : un comparateur de phase, un filtre passe bas et un oscillateur contrôlé en tension (OCT ou VCO comme Voltage Controlled Oscillator en anglais). Le comparateur de phase, souvent un multiplieur ou une porte logique XOR, compare les deux phases  $\phi_e$  et  $\phi_s$  et délivre un signal dont la valeur moyenne est proportionnelle au déphasage entre les deux signaux. Cette valeur moyenne est obtenue grâce à un filtre passe-bas placé en aval. Le signal issu du filtre passe-bas est alors directement appliqué à l'entrée de l'OCT dont la caractéristique de transfert est :

$$f_s = f_0 + K_0 \frac{V_f}{2\pi} \quad (1.59)$$

Où la constante  $K_0$  ( $\text{rad.s}^{-1}\text{V}^{-1}$ ) représente la sensibilité de modulation de la pulsation de sortie de l'OCT par sa tension d'entrée  $V_f$  et  $f_0$  la fréquence centrale de fonctionnement.

La tension  $V_f$  proportionnelle au déphasage contrôle la fréquence  $f_s$  de manière à ce que celle-ci rattrape la fréquence instantanée  $f_d$  à l'entrée de la PLL. La boucle est verrouillée lorsque les deux fréquences  $f_s$  et  $f_d$  sont identiques. Pour que la micropoutre puisse osciller et se maintenir en résonance, les mêmes conditions que la partie 1.4.6.1 doivent être satisfaites.

L'avantage d'une telle configuration de résonateur avec une PLL par rapport à un oscillateur simple c'est qu'elle profite de tous les avantages d'une PLL, notamment la qualité des signaux en terme

de rapport signal sur bruit, ce qui facilite le suivi précis des petites variations de la fréquence de résonance et donc améliore la limite de détection. De plus, comme la tension  $V_f$  est une image de la fréquence de résonance, celle-ci peut être directement exploitée et mesurée à la place de la fréquence.

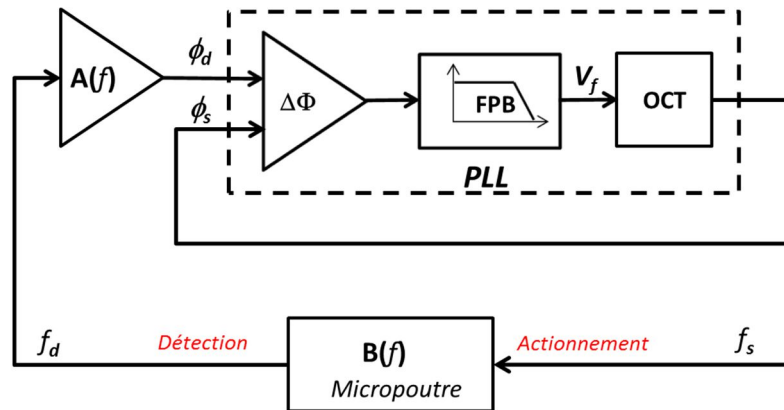


Figure 1.17 : Schéma de principe d'un résonateur à base de PLL.

## 1.5 Conclusion

Après avoir présenté l'application de l'Andra (projet Cigéo), les différentes technologies de capteurs utilisées pour la détection de l'hydrogène ont été passées en revue. Malgré la grande sensibilité des capteurs chimiques, ceux-ci souffrent toujours de certains inconvénients liés principalement aux couches sensibles mises en jeu. Certains de ces inconvénients constituent un handicap majeur pour l'application ciblée, comme la dégradation à long terme et la durée de vie relativement courte. L'objectif principal de ce chapitre a été de montrer qu'il est tout à fait envisageable de s'affranchir des couches sensibles, responsables en grande partie du vieillissement dans les capteurs chimiques, en effectuant une mesure physique pour la détection chimique. Cette démarche ne peut être crédible que dans le cas où seule une espèce chimique est évolutive dans un mélange de gaz. Dans ces conditions, toute technique de mesure permettant le suivi d'un ou de plusieurs paramètres physiques, images d'une évolution chimique dans le gaz, peut être utilisée comme un système physique pour une détection chimique. Cette approche trouve tout son intérêt dans les applications en milieu hostile, où la fiabilité des capteurs et des instruments de mesure et d'auscultation est un enjeu primordial, mais aussi dans les applications nécessitant des temps de réponse quasi-instantanés, tels que la surveillance des gaz inflammables.

Etant donnée la faible masse volumique de l'hydrogène par rapport à l'azote ou l'air, sa détection peut s'effectuer via un simple capteur de masse volumique dans un mélange de gaz binaire ou dans un mélange de gaz où seule sa concentration est évolutive. Le capteur physique étudié et proposé pour l'application Cigéo est une micropoutre résonante dont le principe de fonctionnement a été expliqué dans la dernière partie de ce chapitre. L'objectif majeur de la suite de ce travail est d'améliorer la sensibilité de ce type de capteur, en commençant d'abord par l'amélioration de la méthode du suivi des variations de la fréquence de résonance, puis en optimisant la géométrie de la structure. Ces deux aspects sont discutés dans les chapitres 2, 3 et 4.





## 1.6 Bibliographie

- [ABA01] G. Abadal, Z. J. Davis, B. Helbo, X. Borrisé, R. Ruiz, A. Boisen, F. Campabadal, J. Esteve, E. Figueras, F. Pérez-Murano and N. Barniol, Electromechanical model of a resonating nano-cantilever-based sensor for high-resolution and high-sensitivity mass detection, *Nanotechnology* 12 (2001), pp 100–104.
- [ARO07] V. Aroutiounian, Metal oxide hydrogen, oxygen, and carbon monoxide sensors for hydrogen setups and cells, *International Journal of Hydrogen Energy*, 32 (2007), pp 1145–1158.
- [ASA12] I. Asahi, S. Sugimoto, H. Ninomiya, T. Fukuchi and T. Shiina, Remote sensing of hydrogen gas concentration distribution by Raman Lidar, *Proceeding of SPIE*, 8526 (2012), pp 8.
- [AZZ14] I. Azzouz, J. Vial, D. Thiébaud, R. Haudebourg, K. Danaie, P. Sassiat, J. Breviere, Review of stationary phases for microelectromechanical systems in gas chromatography: feasibility and separations, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 406 (2014), pp 981–994.
- [BAL05] A. J. Ball, Investigation of gaseous hydrogen leak detection using Raman scattering and laser-induced breakdown spectroscopy, M.S. Thesis, university of Florida, 2005.
- [BAL15] M. Ball and M. Weeda, The hydrogen economy-Vision or reality?, *International Journal of Hydrogen Energy*, 40 (2015), pp 7903–7919.
- [BAR09] A. A. Barlian, W. T. Park, J. R. Mallon, Jr, A. J. Rastegar and B. L. Pruitt, Review: Semiconductor Piezoresistance for Microsystems, *Proceeding of the IEEE*, 93 (2009), pp 513–552.
- [BAS03] D.R. Baselt, B. Fruhberger, E. Klaassen, S. Cemalovic, C.L. Britton Jr, S.V. Patel, T.E. Mlsna, D. McCorkle and B. Warmack, Design and performance of a microcantilever-based hydrogen sensor, *Sensors and Actuators B*, 88 (2003), pp 120–131.
- [BAT05] M. Batzill and U. Diebold, The surface and materials science of tin oxide. *Progress in Surface Science*, 79 (2005), pp 47–154.
- [BBR09] L. Boon-Bretta, J. Bousek and P. Moretto, Reliability of commercially available hydrogen sensors for detection of hydrogen at critical concentrations: Part II – selected sensor test results, 34 (2009), pp 562 –571.
- [BBR10] L. Boon-Brett, J. Bousek, G. Black, P. Moretto, P. Castello, T. Hübert and U. Banach, Identifying performance gaps in hydrogen safety sensor technology for automotive and stationary applications, *International Journal of Hydrogen Energy*, 35 (2010), pp 373–384.
- [BEA10] L. A. Beardslee, K. S. Demirci, Y. Luzinova, B. Mizaikoff, S. M. Heinrich, F. Josse, and O. Brand, Liquid-phase chemical sensing using lateral mode resonant cantilevers, *Analytical Chemistry*, 82 (2010), pp 7542–7549.
- [BEE04] S. Beeby, G. Ensell, M. Kraft, N. White, *MEMS Mechanical Sensors*, 2004, Artech House
- [BEV00] X. Bevenot, A. Trouillet, C. Veillas, H. Gagnaire, M. Clement, Hydrogen leak detection using an optical fibre sensor for aerospace applications, *Sensors and Actuators B*, 67 (2000), pp 57–67.
- [BIN86] D. P. E. Smith, G. Binnig and C. F. Quate, Atomic point-contact imaging, *Applied Physics Letters*, 49 (1986), pp 1166–1168.

- [BIR13] B. A. Bircher, L. Duempelmann, K. Renggli, H. P. Lang, C. Gerber, N. Bruns and T. Braun, Real-time viscosity and mass density sensors requiring microliter sample volume based on nanomechanical resonators, *Analytical Chemistry*, 85 (2013), pp 8676–8683.
- [BLE79] R. D. Blevins, *Formulas for natural frequency and mode shape*, Van Nostrand Reinhold, 1979.
- [BOO10] L. Boon-Brett, G. Black, P. Moretto and J. Bousek, A comparison of test methods for the measurement of hydrogen sensor response and recovery times, *International Journal of Hydrogen Energy*, 35 (2010), pp 7652–7663.
- [BRA14] E. Brauns, E. Morsbach, S. Kunz, M. Bäumer, W. Lang, A fast and sensitive catalytic gas sensors for hydrogen detection based on stabilized nanoparticles as catalytic layer, *Sensors and Actuators B*, 193 (2014), pp 895–903.
- [BRA15] O. Brand, I. Dufour, S. M. Heinrich and F. Josse (Eds), *Resonant MEMS*, Wiley-VCH, 2015.
- [BRE10] L. Boon-Brett, J. Bousek, G. Black, P. Moretto, P. Castello, T. Hubert and U. Banach, Identifying performance gaps in hydrogen safety sensor technology for automotive and stationary applications, *International Journal of Hydrogen Energy*, 35 (2010), pp 373–384.
- [BRI00] C.L. Britton Jr., R.L. Jones, P.I. Oden, Z. Hu, R.J. Warmack, S.F. Smith, W.L. Bryan and J.M. Rochelle, Multiple-input microcantilever sensors, *Ultramicroscopy*, 82 (2000), pp 17–21.
- [DAI12] L. Dai, L. Wang, G. Shao, Y. Li A novel amperometric hydrogen sensor based on nano-structured ZnO sensing electrode and electrolyte and  $\text{CaZr}_{0.9}\text{In}_{0.1}\text{O}_{3-\square}$ , 173 (2012), pp 85–92.
- [DAI14] J. Dai, M. Yang, Zhi Yang, Z. Li, Y. Wang, G. Wang, Y. Zhang and Z. Zhuang, Performance of fiber Bragg grating hydrogen sensor coated with Pt-loaded  $\text{WO}_3$  coating, *Sensors and Actuators B*, 190 (2014), pp 657–663.
- [DAM82] A. D’Amico, A. Palma, E. Verona, Surface acoustic wave hydrogen sensor, *Sensors and Actuators*, 3 (1982), pp 31–39.
- [DON03] S. Dong, F. Bai, J. F. Li and D. Viehland, Sound-resonance hydrogen sensor, *Applied Physics Letters*, 82 (2003), pp 4590-4592.
- [DON04] S. Dong, F. Bai, L. Yan, H. Cao, J. F. Li and D. Viehland, Vacuum response and gas leak detection in piezoelectrically driven sound-resonance cavity, *Applied Physics Letters*, 84 (2004), pp 4144-4146.
- [DUF07] I. Dufour, F. Lochon, S. M. Heinrich, F. Josse and D. Rebière, Effect of coating viscoelasticity on quality factor and limit of detection of microcantilever, *Chemical Sensors, IEEE Sensors Journal*, 7 (2007). pp 230-236.
- [EIC99] F. Eichelbaum, R. Borngräber, J. Schröder, R. Lucklum and P. Hauptmann, Interface circuits for quartz-crystal-microbalance sensors, 70 (1999), pp 2537-2545.
- [FEC06] A.C. Fechete, W. Wlodarski, K. Kalantar-Zadeh, A.S. Holland, J. Antoszewski, S. Kaciulis and L. Pandolfi, SAW-based gas sensors with rf sputtered  $\text{InO}_x$  and PECVD  $\text{SiN}_x$  films: response to  $\text{H}_2$  and  $\text{O}_3$  gases, *Sensors and Actuators B*, 118 (2006), pp 362–367.
- [FIO63] G. Fiocco, L. D. Smullin, Detection of scattering layers in the upper atmosphere by optical radar. *Nature*, 199 (1963), pp 1275–1276.

- [FUK12] H. Fukuoka, J. Jung, M. Inoue, H. Fujita and Y. Kato, Absolute concentration measurement for hydrogen, *Energy Procedia*, 29 (2012), pp 283 – 290.
- [GOE08] K. M. Goeders, J. S. Colton and L. A. Bottomley, Microcantilevers: Sensing Chemical Interactions via Mechanical Motion, *Chemical Reviews*, 108 (2008), pp 522–542.
- [GU12] H. Gu, Z. Wang and Y. Hu, Hydrogen gas sensors based on semiconductor oxide nanostructures, *Sensors*, 12 (2012), pp 5517-5550.
- [HAL08] N. A. Hall, M. Okandan, R. Littrell, D. K. Serkland, G. A. Keeler, K. Peterson, B. Bicen, C. T. Garcia and F. L. Degertekin, Micromachined accelerometers with optical interferometric read-out and integrated electrostatic actuation, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 17 (2008), pp 37-44.
- [HEN12] J. Henriksson, L. G. Villanueva and J. Brugger, Ultra-low power hydrogen sensing based on a palladium-coated nanomechanical beam resonator, *Nanoscale*, 4 (2012), pp 5059-5064.
- [HOD13] J. Hodgkinson and R. P. Tatam, Optical gas sensing: a review, *Measurement Science and Technology*, 24 (2013), 012004-pp 59.
- [HUA10] F.C. Huang, Y.Y. Chen and T.T. Wu, A room temperature surface acoustic wave hydrogen sensor with Pt coated ZnO nanorods, *Nanotechnology*, 21 (2010), 095503-pp 6.
- [HÜB11] T. Hüber, L. Boon-Brett, G. Black, U. Banach, Hydrogen sensors-A review, *Sensors and Actuators B*, 157 (2011), pp 329-352.
- [IPP05] S.J. Ippolito, S. Kandasamy, K. Kalantar-zadeh, W. Wlodarski, K. Galatsis, G. Kiriakidis, N. Katsarakis, M. Sueha, Highly sensitive layered ZnO/LiNbO<sub>3</sub> SAW device with InOx selective layer for NO<sub>2</sub> and H<sub>2</sub> gas sensing, *Sens. Actuators B*, 111–112 (2005), pp 207–212.
- [IPS05] S.J. Ippolito, S. Kandasamy, K. Kalantar-Zadeh, W. Wlodarski, Layered SAW, hydrogen sensor with modified tungsten trioxide selective layer, *Sens. Actuators B*, 108 (2005), pp 553–557.
- [JAK09] W.P. Jakubik, Hydrogen gas-sensing with bilayer structures of WO<sub>3</sub> and Pd in SAW and electric systems, *Thin Solid Films*, 517 (2009), pp 6188–6191.
- [JAV15] N. Javahiraly, Review on hydrogen leak detection: comparison between fiber optic sensors based on different designs with palladium, *Optical Engineering*, 54 (2015), 030901-pp 14.
- [JEW06] L. L. Jewell and B. H. Davis, Review of absorption and adsorption in the hydrogen–palladium system, *Applied Catalysis A: General*, 310 (2006), pp 1–15.
- [KAA09] V. Kaajakari, *Practecal MEMS*, Small Gear Publishing 2009.
- [KAM09] K. Yamanaka, N. Nakaso, D. Sim and T. Fukiura, Principle and application of ball surface acoustic wave (SAW) sensor, *Acoustical Science and Technology*, 30 (2009), pp 2–6.
- [KAR06] I. K. Kapdan and F. Kargi, Bio-hydrogen production from waste materials, *Enzyme and Microbial Technology*, 38 (2006), pp 569–582.
- [KIN98] J. L. King, The free transverse vibrations of anisotropic beam', *Journal of Sound and Vibration*, 98 (1985), pp 575-585.
- [KOR09] G. Korotcenkov, S. Do Han and J. R. Stetter, Review of electrochemical hydrogen sensors, *Chemical Review*, 109 (2009), pp 1402–1433.

- [KOR14] G. Korotcenkov and B.K. Cho, Engineering approaches to improvement of conductometric gas sensor parameters. Part 2: Decrease of dissipated (consumable) power and improvement stability and reliability, *Sensors and Actuators B*, 198 (2014), pp 316–341.
- [KRA13] A. Kramer and Th. A. Paul, High-precision density sensor for concentration monitoring of binary gas mixtures, *Sensors and Actuators A*, 202 (2013), pp 52-56.
- [KUC14] M. Kucera, F. Hofbauer, E. Wistrela, T. Manzanque, V. Ruiz-Diez, J. L. Sanchez-Rojas, A. Bittner and U. Schmid, Lock-in amplifier powered analogue Q-control circuit for self-actuated self-sensing piezoelectric MEMS resonators, *Microsystem Technologies*, 20 (2014), pp 615–625.
- [LEE11] E. B. Lee, I. S. Hwang, J. H. Chac, H. J. Lee, W. B. Lee, J. J. Pak, J. H. Lee and B. K. Ju, Micromachined catalytic combustible hydrogen gas sensor, *Sensors and Actuators B*, 153 (2011) , pp 392–397.
- [LEE12] B. H. Lee, Y. H. Kim, K. S. Park, J. B. Eom , M. J. Kim, B. S. Rho and H. Y. Choi, Interferometric fiber optic sensors, *Sensors* 12 (2012), pp 2467-2486.
- [LEM10] R. G. Lemus and J. M. M. Duart, Updated hydrogen production costs and parities for conventional and renewable technologies, *International Journal of Hydrogen Energy*, 35 (2010), pp 3929–3936.
- [LEM13] E. Lemaire, B. Caillard, M. Youssry and I. Dufour, High-frequency viscoelastic measurements of fluids based on microcantilever sensing: New modeling and experimental issues, *Sensors and Actuators A*, 201 (2013), pp 230– 240.
- [LI10] Y. Li, F. Liang, H. Bux, W. Yang and J. Caro, Zeolitic imidazolate framework ZIF-7 based molecular sieve membrane for hydrogen separation, *Journal of Membrane Science*, 354 (2010), pp 48–54.
- [LI13] H. Li, Z. Song, X. Zhang, Y. Huang, S. Li, Y. Mao, H. J. Ploehn, Y. Bao and M. Yu, Ultrathin, molecular-sieving graphene oxide membranes for selective hydrogen separation, *Science*, 95 (2013), pp 95-97.
- [LIE14] C. Liewhiran, N. Tamaekong, A. Tuantranont, A. Wisitsoraat and S. Phanichphant, The effect of Pt nanoparticles loading on H<sub>2</sub> sensing properties of flame-spray-made SnO<sub>2</sub> sensing films, *Materials Chemistry and Physics*, 147 (2014), pp 661–672.
- [LIU12] X. Liu, S. Cheng, H. Liu, S. Hu, D. Zhang, and H. Ning, A Survey on gas sensing technology, *Sensors*, 12 (2012), pp 9635-9665.
- [LON13] Z. Long, L. Kou, M. J. Sepaniak and X. Hou, Recent advances in gas phase microcantilever-based Sensing, *Reviews in Analytical Chemistry*, 32 (2013), pp 135-158.
- [MAA05] A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. C. Bouhacina, and J. P. Aime, Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids. *Journal of Applied Physics*, 97 (2005), 074907- pp 6.
- [MAI60] T. H. Maiman, Stimulated optical radiation in ruby, *Nature*, 187 (1960), pp 493 – 494.
- [MAL08] V.V. Malyshev and A.V. Pislyakov, Investigation of gas-sensitivity of sensor structures to hydrogen in a wide range of temperature, concentration and humidity of gas medium, *Sensors and Actuators B*, 134 (2008), pp 913–921.

- [MAN14] T. Manzaneque, V. Ruiz-Díez, J. Hernando-García, E. Wistrela, M. Kucera, U. Schmid, J. L. Sánchez-Rojas, Piezoelectric MEMS resonator-based oscillator for density and viscosity sensing, *Sensors and Actuators A*, 220 (2014), pp 305-315.
- [MAR05] D. M. Marom, D. T. Neilson, D. S. Greywall, C. S. Pai, N. R. Basavanthally, V. A. Aksyuk, D. O. López, F. Pardo, M. E. Simon, Y. Low, P. Kolodner and C. A. Bolle, Wavelength-selective 1 x K switches using free-space optics and MEMS micromirrors: Theory, design, and Implementation, *Journal of Lightwave Technology*, 23 (2005), pp 1620-1629.
- [MCA85] J.F. McAleer, P. T. Moseley, P. Bourke, J. O. W. Norris and R. Stephan, Tin dioxide gas sensor: use of the seebeck effect, *Sensors and Actuators*, 8 (1985), pp 251–257.
- [MIY09] H. Miya, T. Shiina, T. Kato, K. Noguchi, T. Fukuchi, I. Asahi, S. Sugimoto, H. Ninomiya and Y. Shimamoto, Compact Raman lidar for hydrogen gas leak detection, *CLEO/Pacific Rim*, (2009), pp 1-2.
- [MOH10] F. Mohd-Yasin, D. J. Nagel and C. E. Korman, Noise in MEMS, *Measurement Science and Technology*, 21 (2010), 012001-pp 22.
- [NI06] M. Ni, D. Y. C. Leung, M. K. H. Leung and K. Sumathy, An overview of hydrogen production from biomass, *Fuel Processing Technology*, 85 (2006), pp 461–472.
- [NIN07] H. Ninomiya, S. Yaeshima and K. Ichikawa, Raman lidar system for hydrogen gas detection, *Optical Engineering*, 46 (2007), 094301-pp 5.
- [PAL15] V. Palmisano, E. Weidner, L. Boon-Brett, C. Bonato, F. Harskamp, P. Moretto, M.B. Post, R. Burgess, C. Rivkin and W.J. Buttner, Selectivity and resistance to poisons of commercial hydrogen sensors, *International Journal of Hydrogen Energy* (2015), <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.02.120>.
- [PAT10] J. F. Patton, S. R. Hunter, M. J. Sepaniak, P. G. Daskos and D. B. Smith, Rapid response microsensor for hydrogen detection using nanostructured palladium films, *Sensors and Actuators A*, 163 (2010), pp 464–470.
- [PEL14] J. Pellegrino, Développement de deux instruments LIDAR multi-longueurs d'onde et multi-espèces à base de sources paramétriques, Ph.D Thesis, University of Pierre et Marie Curie, 2014.
- [PER13] C. Perrotton, R. J. Westerwaal, N. Javahiraly, M. Slaman, H. Schreuders, B. Dam and P. Meyrueis, A reliable, sensitive and fast optical fiber hydrogen sensor based on surface plasmon resonance, 21 (2013), pp 382-390.
- [PHA12] D. T. Phan and G. S. Chung, Surface acoustic wave hydrogen sensors based on ZnO nanoparticles incorporated with a Pt catalyst, *Sensors and Actuators B*, 161 (2012), pp 341–348.
- [PRO13] F. Progent, C. M. Tassett, O. Peyssonneaux, L. Duraffourg, J. S. Danel, F. Ricoul and X. Machuron-Mandard, Development of a micro-GC/micro-mass spectrometer for chemical threat in-situ detection, *Proceeding CBW Protection Symposium*, (2013), pp 5.
- [ROS63] L. Rosenhead, *Laminar Boundary Layers*, Clarendon, Oxford, 1963.
- [SAD98] J. Sader. Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope. *Journal of Applied Physics*, 84, (1998), pp 64–76.
- [SHI03] W. Shin, M. Matsumiya, N. Izu and N. Muramaya, Hydrogen-selective thermoelectric gas sensor, *Sensors and Actuators B*, 93 (2003), pp 304-308.

- [SIL12] S. F. Silva, L. Coelho, O. Frazão, J. L. Santos and F. X. Malcata, A Review of palladium-based fiber-optic sensors for molecular hydrogen detection, *IEEE Sensors Journal*, 12 (2012), pp 93-102.
- [SIM02] I. Simon and M. Arndt, Thermal and gas-sensing properties of micromachined thermal conductivity sensor for the detection of hydrogen in automotive applications, *Sensors and Actuators A*, 97-98 (2002), pp 104-108.
- [SMU62] L.D. Smullin, G. Fiocco, Optical echoes from the moon. *Nature*, 194 (1962), pp 1267.
- [SON10] M. Sonoyama and Y. Kato, Application of ultrasonic to a hydrogen sensor, *IEEE Sensors Conference*, (2010), pp 2141-2144.
- [STE89] M. Steinberg and H. C. Cheng, Modern and prospective technologies for hydrogen production from fossil fuels, *International Journal of Hydrogen Energy*, 14 (1989), pp 797–820.
- [SUN12] S. K. Arya, S. Krishnan, H. Silva, S. Jean and S. Bhansali, Advanced in materials for room temperature hydrogen sensors, *Analyst*, 137 (2012), pp 2743-2756.
- [SUT99] B. Sutapun, M. Tabib-Azar and A. Kazemi, Pd-coated elastooptic fiber Bragg grating sensors for multiplexed hydrogen sensing, *Sensors and Actuators B*, 60 (1999), pp 27–34.
- [TAM01] J. Tamayo, A. D. L. Humphris, R. J. Owen and M. J. Miles, High-Q dynamic force microscopy in liquid and its application to living cells, *Biophysical Journal*, 81 (2001), pp 526–537.
- [TAM13] J. Tamayo, P. M. Kosaka, J. J. Ruz, A. S. Paulo and M. Calleja, Biosensors based on nanomechanical systems, *Chemical Society Reviews*, 42 (2013), pp 1287-1311.
- [TON14] Z. Tong , M. M. Tong, W. Meng and M. Li, Inflammable gas mixture detection with a single catalytic sensor based on the electric field effect, *Sensors*, 14 (2014), pp 6409-6418.
- [TOU08] G. Tournier and C. Pilolat, Selective filter for SnO<sub>2</sub>-based gas sensors: application to hydrogen trace detection, *Sensors & Actuators B*, 106 (2005), pp 553–562.
- [WAN10] C. Wang, L. Yin, L. Zhang, D. Xiang and R. Gao, Metal oxide gas sensors: Sensitivity and influencing factors, *Sensors*, 10 (2010), pp 2088–2106.
- [WAP07] E. Wapelhorst, J. P. Hauschild and J. Müller, Complex MEMS: a fully integrated TOF micro mass spectrometer, *Sensors and Actuators A*, 138 (2007,) pp 22–27.
- [WAS14] H. S. Wasisto, Q. Zhang, S. Merzsch, A. Waag and E. Peiner, A phase-locked loop frequency tracking system for portable microelectromechanical piezoresistive cantilever mass sensors, *Microsystem Technologies*, 20(2014), pp 559–569.
- [WAU10] W. H. Waugh, A high-sensitivity resonant sensor realized through the exploitation of nonlinear dynamic behavior, Newcastle University, Ph.D thesis, (2010).
- [WEN09] Y. C. Weng and K. C. Hung, Amperometric hydrogen sensor based on PtxPDy/Nafion electrode prepared by Takenata-Torikai method, *Sensors and Actuators B*, 141 (2009), pp 161-167.
- [YAH01] R. Yahiaoui and A. Bosseboeuf, Improved modeling of the dynamical behaviour of cantilever microbeams, *Proceeding MME conference*, (2001), pp. 281–284.
- [ZOT12] S. A. Zotov, A. A. Trusov and A. M. Shkel, Three-dimensional spherical shell resonator gyroscope fabricated using wafer-scale glassblowing, *Journal of Micromechanical Systems*, 21 (2012), pp 509-510.







***Chapitre 2 : Méthodes de  
détermination de faibles  
variations de la fréquence de  
résonance et du facteur de qualité  
à partir des mesures spectrales***



## SOMMAIRE

<b>Chapitre 2 : Méthodes de détermination de faibles variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité à partir des mesures spectrales .....</b>	<b>69</b>
2.1 Introduction.....	73
2.2 Motivations .....	73
2.3 Méthodes classiques de caractérisation .....	74
2.3.1 Suivi du décalage de la fréquence de résonance : $\Delta f_r$ .....	74
2.3.2 Méthode des -3 décibels pour la mesure du facteur de qualité : $\Delta Q_{-3dB}$ .....	75
2.4 Mesure des variations du gain (module et phase) à fréquences fixes .....	75
2.4.1 Variation du module à fréquence fixe : $\Delta G_{FF}$ .....	75
2.4.2 Variation de la phase à fréquence fixe : $\Delta P_{FF}$ .....	76
2.5 Approximations polynomiales et fits des spectres de module et de phase .....	77
2.5.1 Approximation parabolique du spectre du module du gain autour de la résonance : $\Delta f_{0G}$ , $\Delta Q_G$ .....	77
2.5.2 Approximation linéaire du spectre de la phase autour de la résonance : $\Delta f_{0P}$ , $\Delta Q_P$ .....	80
2.5.3 Fit du module et de la phase du gain par un système du second ordre : $\Delta f_{0S2OG}$ , $\Delta Q_{S2OG}$ , $\Delta f_{0S2OP}$ , $\Delta Q_{S2OP}$ .....	81
2.6 Etude des performances .....	82
2.6.1 Origines des données .....	82
2.6.2 Traitement des données .....	84
2.6.2.1 Méthodes classiques : $\Delta f_r$ et $\Delta Q_{-3dB}$ .....	84
2.6.2.2 Mesures des variations du module et de la phase à fréquences fixes : $\Delta G_{FF}$ et $\Delta P_{FF}$ .....	85
2.6.2.3 Mesures des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité à partir des équations des fits réalisés : $\Delta f_{0G}$ , $\Delta Q_G$ , $\Delta f_{0P}$ , $\Delta Q_P$ , $\Delta f_{0S2OG}$ , $\Delta Q_{S2OG}$ , $\Delta f_{0S2OP}$ , $\Delta Q_{S2OP}$ .....	86
2.6.3 Influence du rapport bande fréquentielle de mesure sur nombre de points de mesure .....	87
2.7 Couplage électrique dans les résonateurs .....	90
2.7.1 Diaphonie .....	90
2.7.2 Méthodes de découplage .....	92
2.7.3 Exemple d'un découplage par la méthode de Niedermayer .....	93
2.8 Conclusion .....	96
2.8 Bibliographie .....	98



## 2.1 Introduction

Les micropoutres sans couche sensible en mode dynamique sont souvent utilisées pour des applications de détections physiques. Les exemples d'utilisations les plus courantes dans la littérature sont la mesure de la masse volumique et de la viscosité de liquides [LEM13, BIR13], la topographie de surface (leviers AFM : microscope à force atomique) [LIU11] ainsi que la mesure de la pression et de la masse volumique de gaz [SPA11]. La variation de la fréquence de résonance est le paramètre principal caractérisant les variations du mesurande. Par ailleurs, le facteur de qualité est aussi parfois un paramètre nécessaire à mesurer (par exemple pour la mesure de la viscosité d'un fluide).

Les méthodes classiques pour le suivi des variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité sont basées sur un traitement des réponses spectrales. En effet, pour mesurer une fréquence de résonance, il suffit de repérer les pics de résonance sur une réponse spectrale (spectre du module du gain ou spectre de la conductance) et de leur associer les fréquences correspondantes. De façon tout aussi simple, pour mesurer le facteur de qualité d'une structure résonante, il suffit de diviser la fréquence de résonance par la bande passante à -3 décibels (dB). Ces deux méthodes simples et faciles à mettre en œuvre sont largement utilisées pour la caractérisation des capteurs résonants lorsqu'il s'agit de mesurer la fréquence de résonance et le facteur de qualité ou les variations de ses derniers lorsque celles-ci sont grandes. Cependant, ces méthodes perdent très vite de leur intérêt lorsqu'il s'agit de mesurer de faibles variations, surtout quand elles sont associées à un bruit relativement élevé.

Dans ce chapitre, une étude comparative des méthodes classiques de détermination de la fréquence de résonance et du facteur de qualité de capteurs résonants est présentée. Cette étude s'intéresse particulièrement aux performances de ces méthodes en termes de rapport signal sur bruit et donc de limite de détection pour de faibles variations. Afin d'améliorer la limite de détection, d'autres méthodes sont proposées : elles sont basées soit sur la mesure des variations du module ou de la phase du gain à fréquences fixes, soit sur le fit du spectre du module ou de la phase par le modèle d'un système passe-bas du second ordre ou alors par des approximations polynomiales des spectres du module et de la phase autour de la résonance. Par ailleurs, une méthode de découplage spectral de la réponse mécanique du signal électrique total des résonateurs MEMS est aussi présentée.

## 2.2 Motivations

Dans le cas des micropoutres en silicium sans couche sensible dans un milieu gazeux et dans les conditions atmosphériques, les variations de la fréquence de résonance correspondant aux variations de la masse volumique sont très faibles. Par exemple, une variation de la masse volumique de l'ordre de quelques milligrammes par litre (mg/l) se traduit par un décalage de la fréquence de résonance de quelques millihertz (mHz) à quelques centaines de millihertz [TET10, CUI10]. Dans ce cas, la mesure des variations de la fréquence de résonance par la méthode classique (suivi du pic de résonance) devient très délicate voire même impossible à cause du bruit se superposant sur le spectre de résonance. A titre d'exemple, la détection de 0.2% d'hydrogène dans de l'azote en utilisant une micropoutre (longueur = 5mm, largeur = 1mm, épaisseur  $\approx 170\mu\text{m}$  et  $f_r \approx 10\text{kHz}$ ) se traduit par un décalage de 2mHz de la fréquence de résonance. Cette variation est difficilement détectable voir même indétectable (suivant le niveau de bruit) par le suivi du pic de résonance.

Par ailleurs, le facteur de qualité est aussi un paramètre clé dans les capteurs résonants. Il est défini comme étant le rapport entre l'énergie vibrationnelle stockée dans le système et l'énergie totale

perdue par cycle. Plus le facteur de qualité est grand, plus faible est l'influence du bruit sur la stabilité du résonateur (configuration boucle fermée) et meilleure est la capacité à repérer avec précision le pic de résonance (caractérisations spectrales). La mesure de ce paramètre est incontournable pour la caractérisation des capteurs résonants [SCH08, LEE12] et est fréquemment utilisée pour la mesure de la viscosité en milieu liquide [LIU11, ABD13]. Pour les systèmes à haut facteur de qualité et lorsque le pic de résonance est suffisamment élevé pour contenir la bande passante à -3 décibel (dB), la méthode de mesure -3dB est souvent utilisée pour calculer le facteur de qualité. Toutefois, lorsque l'amplitude du pic de résonance est inférieure à 3dB (faible différence d'amplitudes entre le gain à la résonance et le gain en dehors de la résonance ou acquisition de spectres sur une faible bande passante de mesure (*BPM* ou *span*)), cette méthode ne peut pas être appliquée. L'autre inconvénient de cette méthode c'est qu'elle ne peut mesurer avec précision les petites variations du facteur de qualité. Ce dernier nécessite la mesure de trois fréquences, à savoir, la fréquence de résonance, les fréquences à -3dB sur les branches croissantes et décroissantes ( $f_{-3dB^-}$ ,  $f_r$ ,  $f_{-3dB^+}$ ) du spectre du module du gain, ce qui multiplie par trois l'imprécision de la mesure de la fréquence et donc du facteur de qualité.

L'objectif de ce chapitre est donc de rechercher et d'étudier d'autres méthodes de suivi des variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité plus adaptées aux faibles variations. Ainsi, les limites de détections mesurables des micropoutres sans couche sensible seront améliorées.

## 2.3 Méthodes classiques de caractérisation

### 2.3.1 Suivi du décalage de la fréquence de résonance : $\Delta f_r$

Pour mesurer la fréquence de résonance à partir d'un spectre du module du gain, il suffit de repérer le pic de résonance sur cette réponse spectrale et de lui associer la fréquence correspondante. Quand cette procédure est répétée périodiquement, la mesure de la variation se fait par la soustraction de la fréquence initiale à la fréquence finale. Cette méthode est illustrée sur la Fig.2.1.

Cependant, pour de faibles variations de la fréquence de résonance, cette technique n'est pas efficace en raison du bruit sur le module du gain induisant une importante incertitude sur la détection du pic (maximum) de résonance. Néanmoins, l'élimination de ce bruit par une méthode de fit rend la détection du maximum beaucoup plus efficace.

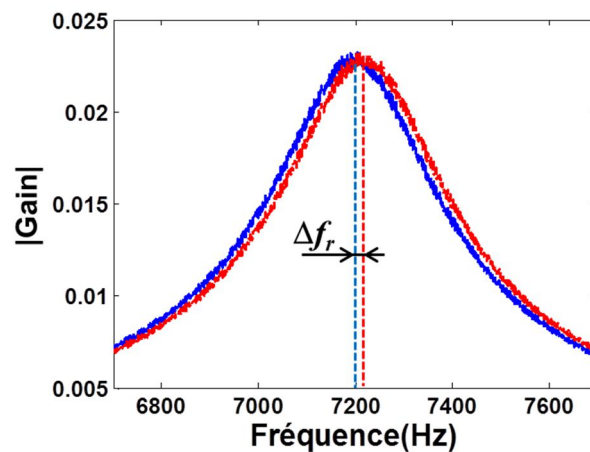


Figure 2.1 : Mesure des variations de la fréquence de résonance par la détection du pic de résonance.

### 2.3.2 Méthode des -3 décibels pour la mesure du facteur de qualité : $\Delta Q_{-3dB}$

La méthode classique de mesure du facteur de qualité est la technique des -3dB comme le montre la Fig.2.2. Cette technique consiste à calculer le rapport entre la fréquence de résonance et la bande passante à -3dB relevée sur le spectre du module du gain :

$$Q = \frac{f_r}{\Delta f_{-3dB}} \quad (2.1)$$

Tout comme la méthode  $\Delta f_r$ , la mesure des variations du facteur de qualité par la méthode des -3dB n'est pas efficace dans le cas de faibles variations de la fréquence de résonance, car cette méthode nécessite non seulement la mesure de  $\Delta f_r$ , mais elle nécessite aussi la mesure de  $\Delta(\Delta f_{-3dB})$ .

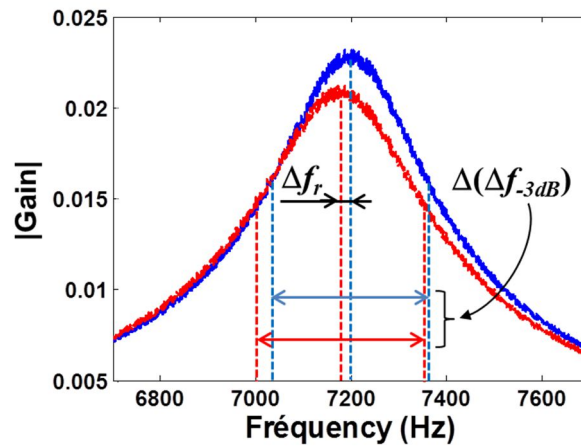


Figure 2.2 : Mesure des variations du facteur de qualité par la méthode des -3 décibels.

## 2.4 Mesure des variations du gain (module et phase) à fréquences fixes

Afin de mesurer de petites variations de la fréquence de résonance, il existe d'autres méthodes basées sur la mesure des variations du module ou de la phase à fréquence fixe [ALB91, XU09]. Pour un meilleur rapport signal sur bruit, cette fréquence est choisie sur une région présentant la plus grande pente sur le spectre de résonance.

### 2.4.1 Variation du module à fréquence fixe : $\Delta G_{FF}$

En fixant la fréquence de mesure dans une région où le module présente la plus grande pente, la mesure du module du gain est une image de l'évolution de la fréquence de résonance comme le montre la Fig.2.3.

Pour augmenter la sensibilité de la mesure et éliminer le bruit, un fit linéaire peut être appliqué sur le spectre du module au niveau du point d'inflexion (pente maximale). En pratique, il n'est pas efficace d'utiliser une relation générale permettant de déterminer le point d'inflexion, car la forme du



spectre dépend fortement du couplage entre les circuits d'actionnement et de détection (diaphonie). En fait, un examen visuel permet de déterminer approximativement la région de plus grande pente et permet donc de choisir la fréquence de mesure ( $f_{mes}$  sur la Fig.2.3) dans cette région et d'effectuer un fit linéaire autour de celle-ci.

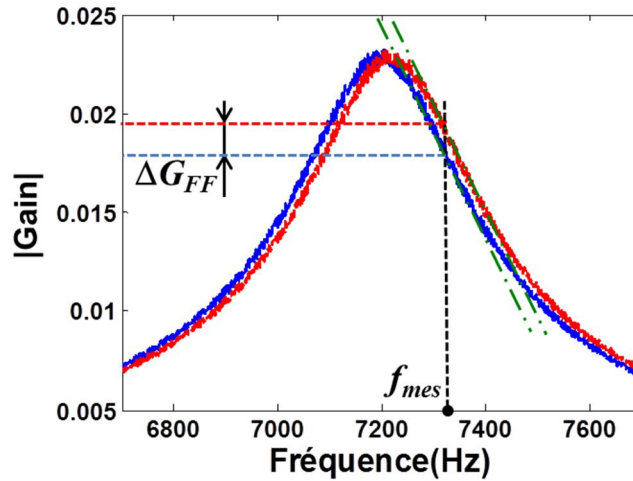


Figure 2.3 : Mesure des variations du module du gain à fréquence fixe.

Cette méthode ne permet pas une détermination numérique de la variation de la fréquence de résonance, mais la variation du module du gain est l'image de la variation de la fréquence de résonance. En effet, la relation entre les deux est supposée proportionnelle pour de faibles variations.

#### 2.4.2 Variation de la phase à fréquence fixe : $\Delta P_{FF}$

L'aspect linéaire et la grande pente que présente le spectre de la phase autour de la fréquence de résonance (Fig.2.4), constituent un des atouts majeurs pour la mesure de petites variations de la fréquence de résonance, tout comme la méthode  $\Delta G_{FF}$  présentée précédemment. La méthode de variation de la phase à fréquence fixe ( $\Delta P_{FF}$ ) repose sur le même principe que la méthode  $\Delta G_{FF}$ , la fréquence de mesure ( $f_{mes}$ ) est fixée sur le point d'inflexion (Fig.2.4), c'est-à-dire pour une phase d'environ  $-90^\circ$ . Ainsi, les variations de la fréquence propre ( $f_0$ ) se traduisent par les variations de la phase à fréquence fixe.

De plus, le fit de la phase autour de la résonance par une droite permet d'éliminer le bruit sur la phase et donc d'améliorer les performances de cette méthode.

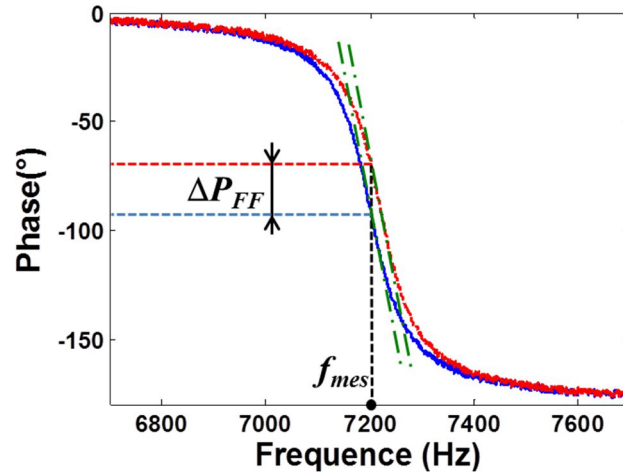


Figure 2.4 : Mesure des variations de la phase à fréquence fixe.

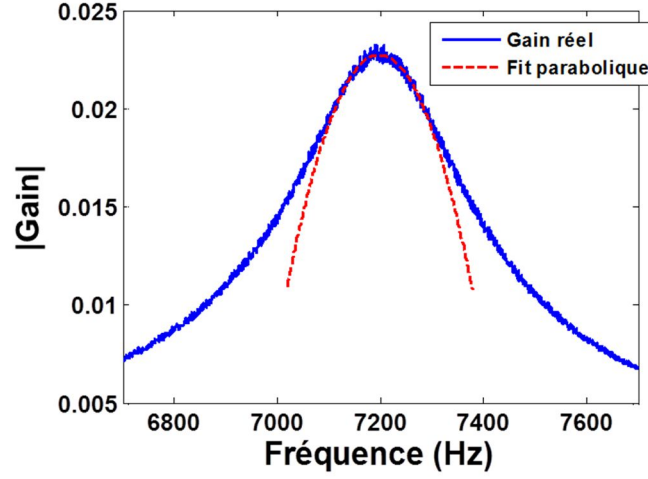
Comme dans le cas de la méthode  $\Delta G_{FF}$ , les variations de la phase autour de  $f_0$  sont quasiment proportionnelles aux variations de la fréquence propre pour de petites variations. Cela signifie que la variation de la phase est une image des variations de la fréquence propre.

## 2.5 Approximations polynomiales et fits des spectres de module et de phase

Dans le cas des mesures spectrales effectuées sur des bandes de fréquence de mesure très étroites centrées autour de la fréquence de résonance ou lorsque l'on effectue un zoom sur les spectres de module et de phase autour de la résonance, les formes des spectres s'apparentent à des formes polynomiales (linéaire et parabolique). Ceci montre que des approximations polynomiales peuvent être effectuées sur ces bandes de fréquence étroites et permettent ainsi de déduire les paramètres caractéristiques du résonateur ( $f_r$ ,  $f_0$  et  $Q$ ).

### 2.5.1 Approximation parabolique du spectre du module du gain autour de la résonance : $\Delta f_{0G}$ , $\Delta Q_G$

L'aspect parabolique du spectre du module du gain autour de la résonance peut être exploité afin d'améliorer la détection du pic de résonance et donc d'augmenter l'efficacité de la méthode  $\Delta f_r$  présentée dans la partie 2.3.1. En effet, un fit parabolique du gain autour de la résonance permet d'éliminer le bruit et de rendre la détection du pic de résonance beaucoup plus aisée comme le montre la Fig.2.5. D'autre part, la connaissance de la fonction de transfert parabolique autour de la résonance d'une micropoutre résonante permet non seulement la détermination de la fréquence de résonance, mais aussi la déduction de la fréquence propre et du facteur de qualité.



**Figure 2.5 :** Mesure des variations de  $f_r$ ,  $f_0$  et  $Q$  par approximation parabolique du spectre du module du gain.

En considérant que le spectre du module du gain autour de la résonance est de forme parabolique, il peut s'écrire :

$$|H| \simeq a_G + b_G f + c_G f^2 \quad (2.2)$$

Où  $f$  est la fréquence et les coefficients  $a_G$ ,  $b_G$  et  $c_G$  sont déterminés par la méthode des moindres carrés.

La fréquence de résonance  $f_r$  correspond au maximum de l'équation (2.2), donc :

$$f_r = \frac{-b_G}{2c_G} \quad (2.3)$$

Pour des fréquences proches de la fréquence de résonance, le module de la fonction de transfert d'une micropoutre en régime linéaire est similaire au comportement d'un système passe-bas du second ordre, et peut alors s'écrire :

$$|H| = \frac{H_0}{\sqrt{\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)^2 + \left(2\xi \frac{f}{f_0}\right)^2}} \quad (2.4)$$

Tels que  $H_0$ ,  $f_0$  et  $\xi$  sont respectivement le gain statique, la fréquence propre et le facteur d'amortissement.

En faisant un développement limité au 2<sup>ème</sup> ordre autour de la fréquence de résonance, il vient :

$$|H| \simeq \frac{H_0}{2\xi} \left[ 3 - \frac{1}{2\xi^2} + \left(-3 + \frac{1}{\xi^2}\right) \frac{f}{f_0} + \left(1 - \frac{1}{2\xi^2}\right) \frac{f^2}{f_0^2} \right] \quad (2.5)$$

Par identification avec l'équation 2.2 on trouve :

$$\begin{cases} a_G = \frac{H_0}{2\xi} \left( 3 - \frac{1}{2\xi^2} \right) & (a) \\ b_G = \frac{H_0}{2\xi f_0} \left( -3 + \frac{1}{\xi^2} \right) & (b) \\ c_G = \frac{H_0}{2\xi f_0^2} \left( 1 - \frac{1}{2\xi^2} \right) & (c) \end{cases} \quad (2.6)$$

Alors :

$$\begin{cases} \frac{a_G c_G}{b_G^2} = \frac{\left( 3 - \frac{1}{2\xi^2} \right) \left( 1 - \frac{1}{2\xi^2} \right)}{\left( -3 + \frac{1}{\xi^2} \right)^2} & (a) \\ H_0 = \frac{2a_G \xi}{3 - \frac{1}{2\xi^2}} & (b) \\ f_0 = \frac{b_G}{a_G} \frac{\frac{1}{\xi^2} - 3}{3 - \frac{1}{2\xi^2}} & (c) \end{cases} \quad (2.7)$$

En exploitant les coefficients  $a_G$ ,  $b_G$  et  $c_G$  de la parabole, calculés par la méthode des moindres carrés, il est possible de déterminer les trois inconnues  $H_0$ ,  $f_0$  et  $\xi$  avec le système d'équations (2.7).

La résolution de l'équation (2.7.a) donne :

$$\frac{1}{\xi^2} = \frac{4(3A-1) \pm 2\sqrt{1-3A}}{4A-1} \quad (2.8)$$

Avec :

$$A = \frac{a_G c_G}{b_G^2} \quad (2.9)$$

D'après le lien entre le facteur de qualité  $Q$  et le facteur d'amortissement  $\xi$ , il vient :

$$Q = \frac{1}{2\xi} = \sqrt{\frac{(3A-1) \pm \frac{1}{2}\sqrt{1-3A}}{4A-1}} \quad (2.10)$$

La connaissance de  $\xi$  grâce à cette équation (2.10) permet le calcul de  $f_0$  et de  $H_0$  par les équations 2.7.b-c.

### **Remarques :**

- *L'approximation parabolique du gain n'est valable que sur la partie du spectre très proche de la résonance (voir Fig.2.5)*

- La solution  $\frac{1}{\xi^2} = \frac{4(3A-1) + 2\sqrt{1-3A}}{4A-1}$  de l'équation (2.8) donne un résultat aberrant, donc seule la solution  $\frac{1}{\xi^2} = \frac{4(3A-1) - 2\sqrt{1-3A}}{4A-1}$  est à conserver.
- La fréquence de résonance  $f_r$  peut être directement déterminée par l'équation 2.3.

## 2.5.2 Approximation linéaire du spectre de la phase autour de la résonance : $\Delta f_{0P}, \Delta Q_P$

Tout comme l'approximation parabolique du module du gain, une linéarisation du spectre de la phase autour de la résonance peut être effectuée. Celle-ci permet d'éliminer le bruit et donc d'améliorer l'efficacité de la mesure des variations de phase à fréquence fixe (partie 2.4.2) mais aussi de déduire les paramètres  $f_r, f_0$  et  $Q$ . La Fig.2.6 montre le spectre de la phase et sa linéarisation autour de la fréquence propre ( $f_0$ ) correspondant à la phase à  $-90^\circ$ .

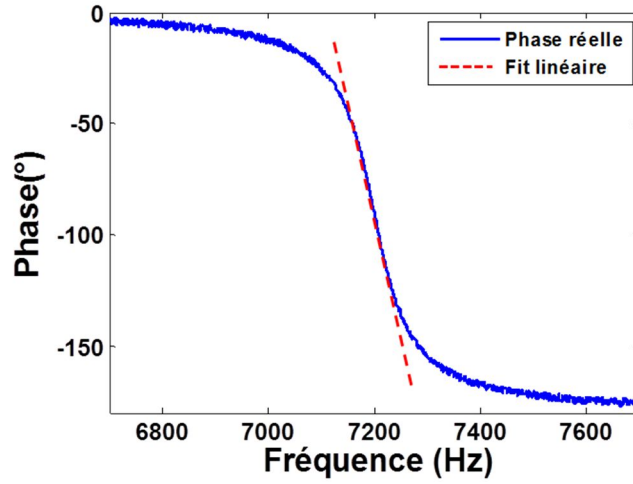


Figure 2.6 : Mesure des variations de  $f_r, f_0$  et  $Q$  par approximation linéaire du spectre de la phase.

La linéarisation de la phase autour de  $f_0$  en utilisant la méthode des moindres carrés permet la détermination des coefficients  $a_P$  et  $b_P$  de l'équation suivante :

$$\varphi(f) = a_P + b_P f \quad (2.11)$$

La fonction de transfert d'une micropoutre en régime linéaire pour des fréquences proches de la résonance peut être assimilée à celle d'un système passe-bas du second ordre et la phase peut donc s'écrire :

$$\varphi = -\text{Arctan} \left( \frac{2\xi \frac{f}{f_0}}{1 - \frac{f^2}{f_0^2}} \right) \quad (2.12)$$

Donc :

$$\frac{d\varphi}{df} = - \frac{\frac{2\xi}{f_0} \left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right) + 4\xi \frac{f^2}{f_0^3}}{\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2}\right)^2 + \left(2\xi \frac{f}{f_0}\right)^2} \quad (2.13)$$

En faisant un développement limité en  $f$  autour de  $f_0$ , il vient :

$$\begin{aligned} \varphi(f) &= \varphi(f_0) + \left. \frac{d\varphi}{df} \right|_{f=f_0} (f - f_0) \\ &= -\frac{\pi}{2} + \frac{1}{\xi} - \frac{f}{\xi f_0} \end{aligned} \quad (2.14)$$

Donc :  $\varphi \approx a_p + b_p f$  ( $\varphi$  en radian)

Par identification, on trouve :

$$\begin{cases} a_p = -\frac{\pi}{2} + \frac{1}{\xi} \\ b_p = -\frac{1}{\xi f_0} \end{cases} \quad (2.15)$$

On en déduit :

$$\begin{cases} \frac{1}{2\xi} = \frac{1}{2} \left( \frac{\pi}{2} + a_p \right) = Q \\ f_0 = \frac{1}{\xi b_p} = \frac{\frac{\pi}{2} + a_p}{b_p} \end{cases} \quad (2.16)$$

En exploitant les coefficients  $a_p$  et  $b_p$  de la droite de linéarisation de la phase, calculés par la méthode des moindres carrés (Eq.2.11), il est possible de déterminer les deux inconnues  $f_0$  et  $\xi$  et donc  $Q$  avec le système d'équations (2.16).

### **Remarques :**

- *L'approximation linéaire de la phase n'est valable que sur la partie du spectre très proche de la résonance (voir Fig.2.6).*
- *Une fois  $f_0$  et  $\xi$  calculés, il est facile de déduire la fréquence de résonance :  $f_r = f_0 \sqrt{1 - 2\xi^2}$*

### **2.5.3 Fit du module et de la phase du gain par un système du second ordre : $\Delta f_0$ S2O G, $\Delta Q$ S2O G, $\Delta f_0$ S2O P, $\Delta Q$ S2O P**

Petersan *et al.* [PER98] ont étudié la précision de mesure de  $f_r$  et  $Q$  de différentes méthodes et ils concluent que le fit du spectre de la phase est le plus précis quand le rapport signal sur bruit ( $RSB$ ), tel qu'il est défini par les auteurs, est supérieur à 65dB ; cependant, lorsque les spectres ont un niveau de bruit élevé, le fit du spectre du module par une Lorentzienne donne des résultats plus précis.

Comme cela a été précisé, le but de ce chapitre est de déterminer la(es) meilleure(s) méthode(s) de mesure de faibles variations de  $f_r$  et  $Q$  en termes de rapport signal sur bruit. Dans cette étude, seuls

les fits des spectres du module et de la phase par un système passe-bas du second ordre sont présentés. Les équations du module et de la phase d'un système passe-bas du second ordre sont ceux présentés dans les équations (2.4) et (2.12).

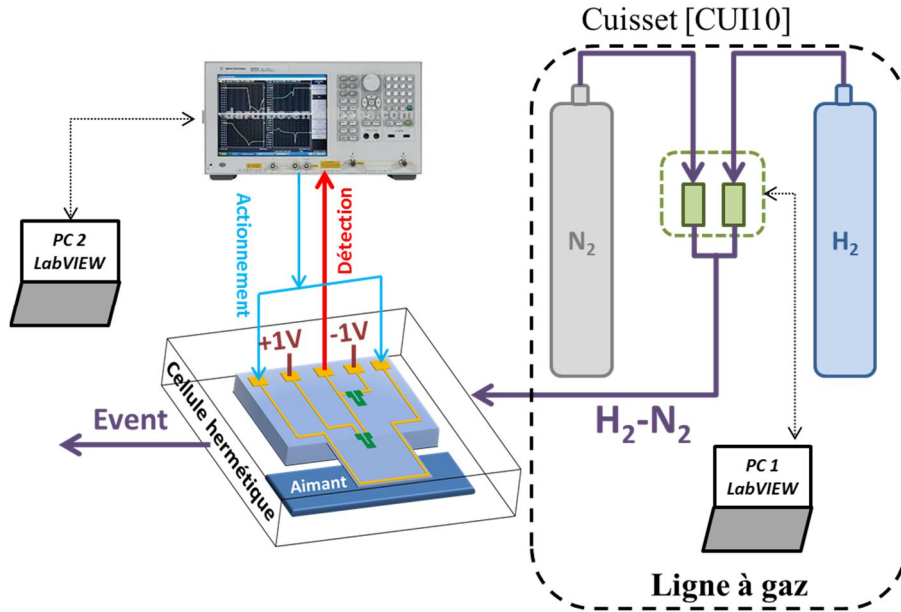
## 2.6 Etude des performances

Dans cette partie, les différentes méthodes (parties 2.3-5) permettant de mesurer les faibles variations de la fréquence de résonance  $f_r$ , de la fréquence propre  $f_0$  ainsi que du facteur de qualité  $Q$  sont mises en œuvre. L'objectif est de comparer le rapport signal sur bruit ( $RSB$ ) de ces différentes méthodes.

### 2.6.1 Origines des données

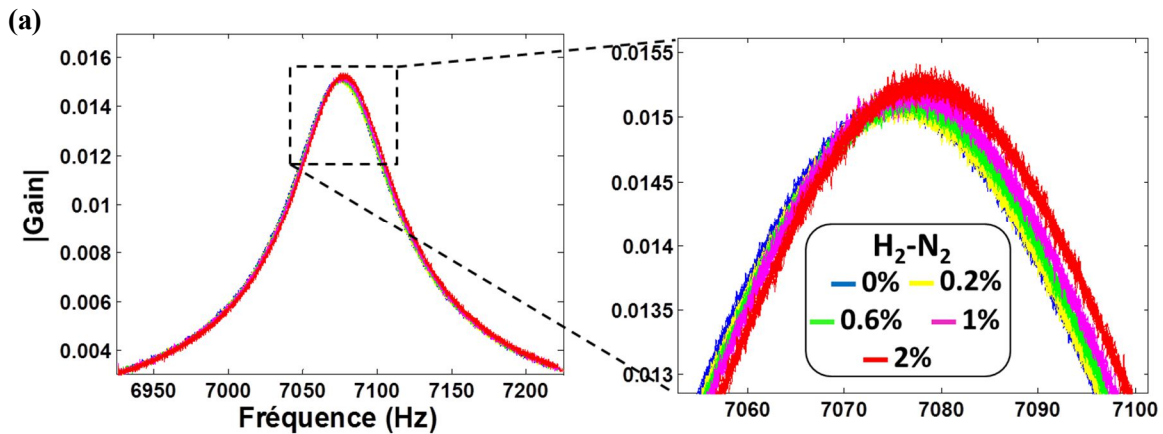
Afin de pouvoir effectuer la mesure des variations des paramètres  $f_r$ ,  $f_0$  et  $Q$  en utilisant les différentes méthodes, des acquisitions de spectres du module et de la phase du gain sont effectuées. Ces spectres correspondent à la résonance du premier mode d'une micropoutre en silicium sans couche sensible soumise à différentes concentrations d'hydrogène ( $H_2$ ) dans de l'azote ( $N_2$ ). La micropoutre utilisée a une longueur ( $L$ ) de  $1000\mu m$ , une largeur ( $b$ ) de  $1000\mu m$ , une épaisseur ( $h$ ) de  $5\mu m$ , une fréquence de résonance ( $f_r$ ) du premier mode de flexion hors-plan d'environ  $7075Hz$  et un facteur de qualité ( $Q$ ) d'environ 110.

Le protocole expérimental est illustré dans la *Fig.2.7*. Une ligne à gaz est utilisée pour générer les différentes séquences de concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  allant de 0 à 2% avec un débit constant valant  $100ml/min$ . La micropoutre en silicium sans couche sensible dispose d'une piste conductrice longeant les bords du levier à travers laquelle passe un courant d'actionnement d'environ  $1.3mA$ . La micropoutre dispose aussi d'un demi-pont piézorésistif (deux résistances) polarisé en  $\pm 1V$ , une résistance est placée à l'encastrement de la poutre et la seconde sur le substrat fixe (partie 1.4.4, *Fig.1.14*). La micropoutre est enfermée dans une cellule étanche d'un volume de  $500\mu l$  sous laquelle un aimant génère un champ magnétique constant d'environ  $0.175Tesla$ . Cette cellule est alimentée par une ligne à gaz [CUI10] pouvant générer les concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$  souhaitées. Afin de pouvoir acquérir le module et la phase périodiquement (1 acquisition module-phase/10s) à l'aide de l'analyseur de réseaux *Agilent E5061B* (tension d'actionnement =  $100mV$ ,  $span = 300Hz$ , nombre de points de mesure = 1600), une application *LabVIEW* a été créée et implémentée sur un PC de commande (PC 2 sur *Fig.2.7*).

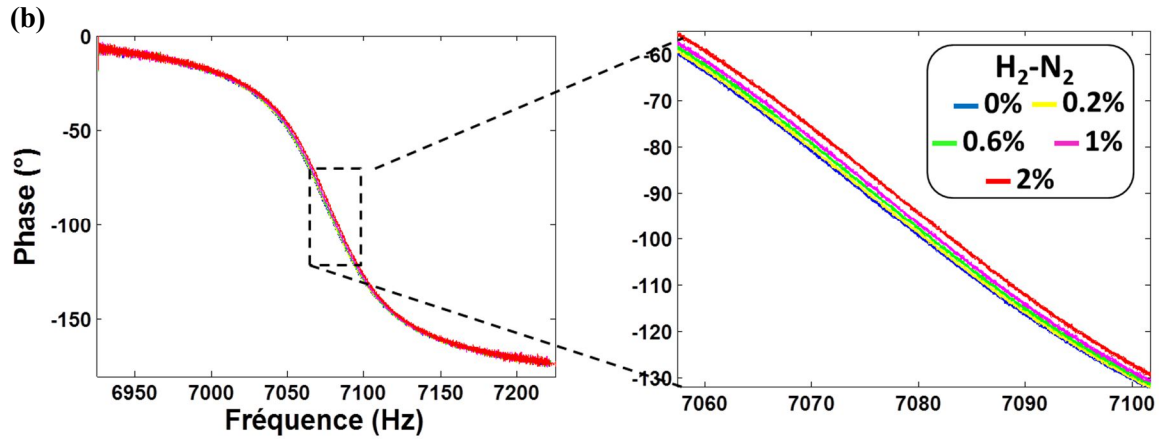


**Figure 2.7 :** Protocole expérimental pour mesurer de faibles décalages de spectres de résonance. La ligne à gaz permet de générer les différentes concentrations de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> [CUI10]. Le mélange H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub> est dirigé vers la cellule hermétique contenant une micropoutre en silicium sans couche sensible ( $L \times b \times h = 1000 \times 1000 \times 5 \mu\text{m}^3$ ,  $f_r \approx 7075\text{Hz}$ ) dont l'actionnement est électromagnétique et la détection piézorésistive. Un analyseur de réseaux Agilent E5061B est utilisé pour mesurer les réponses spectrales du résonateur. Celles-ci sont récupérées périodiquement (1 spectre module-phase/10s) grâce à une application LabVIEW installée sur PC 2.

Les acquisitions de module et de phase réalisées par le protocole expérimental présenté précédemment sont relevées à température et à pression quasi-constantes ( $T = 23^\circ\text{C}$ ,  $P = 1\text{atm}$ ), en faisant varier la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> : 2, 1, 0.6, 0.2 et 0% avec un retour à 0% entre chaque concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>. Les Fig.2.8.a et Fig.2.8.b représentent les spectres de module et de phase issus de cette expérience. Elles montrent les décalages de ces spectres en raison de la variation de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> (variation de la masse volumique du gaz). On peut remarquer que ces décalages sont faibles et que le bruit est presque du même ordre de grandeur, d'où la nécessité d'améliorer les méthodes de caractérisation pour de si faibles variations de la fréquence de résonance. La translation de ces spectres de gauche à droite est synonyme de la diminution de la masse volumique du gaz que met en vibration la micropoutre.







**Figure 2.8 :** Translations des spectres du module et de la phase en raison de la variation de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> (0%, 2%, 0%, 1%, 0%, 0.6%, 0%, 0.2%, 0%, 2%, 0%) à débit du mélange constant et valant 100ml/min.  
(a) Translations du spectre du module. (b) Translations du spectre de la phase.

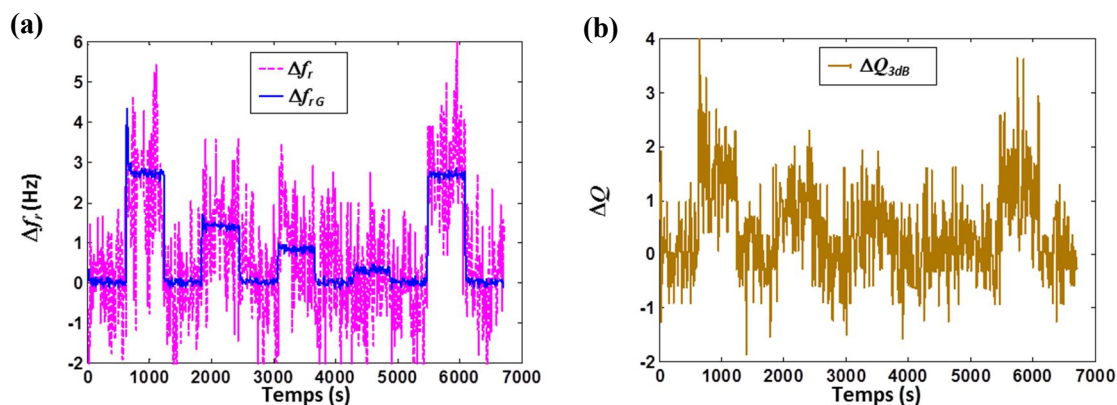
## 2.6.2 Traitement des données

Les spectres de module et de phase issus de l'expérience de la partie précédente (2.6.1) sont traités par les différentes méthodes présentées dans ce chapitre (2.3-5) afin de pouvoir être comparées. Le rapport signal sur bruit (*RSB*) est le seul et principal critère de comparaison car il permet de déterminer la limite de détection qui correspond à un *RSB* valant 3. Le signal étant suivant le cas la variation du module, de la phase, de la fréquence de résonance, de la fréquence propre ou du facteur de qualité entre 0% et 1% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>, tandis que le bruit est estimé par un calcul de l'écart-type de la même grandeur pour 100% de N<sub>2</sub>.

### 2.6.2.1 Méthodes classiques : $\Delta f_r$ et $\Delta Q_{-3dB}$

En utilisant la mesure de la fréquence de résonance par la méthode classique (partie 2.3.1) pour suivre les variations de la fréquence de résonance sur les spectres du module ( $\Delta f_r$ ), on obtient la courbe de détection présentée sur la Fig.2.9.a. On remarque sur celle-ci que le bruit est très conséquent et que même la variation de la fréquence de résonance correspondant à 2% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> est difficilement mesurable. Toutefois, en effectuant une parabolisation du spectre de gain autour de la résonance par la méthode des moindres carrés (Fig.2.5 et Eq.2.2), le rapport signal sur bruit (*RSB*) est considérablement amélioré (Fig.2.9.a, courbe  $\Delta f_{rG}$ ) et dans ce cas, la détection de 0.2% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> est devenue possible. Les performances de ces deux méthodes sont reportées sur le Tab.2.1.

D'autre part, la mesure des variations du facteur de qualité par la méthode des -3 décibels ( $\Delta Q_{-3dB}$ ) est présentée sur la Fig.2.9.b. On remarque que le rapport signal sur bruit est très faible et ne dépasse pas 3 (Tab.2.1), qui est la valeur correspondant à la limite de détection. Pour pouvoir mesurer les variations du facteur de qualité correspondant à une variation de 1% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>, il est donc nécessaire de chercher d'autres méthodes de caractérisation. La parabolisation faite pour  $\Delta f_{rG}$  n'est dans ce cas pas utilisable car la zone où le fit est proche des mesures ne couvre pas les 3dB d'atténuation (voir par exemple Fig.2.5)



**Figure 2.9** : Courbes de détection de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> (2, 1, 0.6, 0.2 et 2%) par : (a) la mesure des variations de la fréquence de résonance par la détection du pic de résonance ( $\Delta f_r$ , Fig.2.1) et par la parabolisation préalable sur le spectre du module autour de la résonance et ensuite détection du pic de résonance ( $\Delta f_{r,G}$ , Fig.2.5); (b) la mesure des variations du facteur de qualité par la méthode des -3 décibels ( $\Delta Q_{-3dB}$ , Fig.2.2).

**Tableau 2.1** : Performances des méthodes de détermination des variations de la fréquence de résonance par la recherche du pic de résonance ( $\Delta f_r$ ) et par la parabolisation du spectre du module autour de la résonance suivie de la recherche du pic de résonance ( $\Delta f_{r,G}$ ) ainsi que la mesure des variations du facteur de qualité par la méthode des -3dB ( $\Delta Q_{-3dB}$ ).

	Méthodes		
	$\Delta f_r$	$\Delta f_{r,G}$	$\Delta Q_{-3dB}$
<b>Signal (1% H<sub>2</sub>)</b>	1.24Hz	1.36 Hz	0.76
<b>Bruit</b>	1.01 Hz	<b>58</b> mHz	0.62
<b>RSB (1% H<sub>2</sub>)</b>	1.23	<b>23</b>	1.2

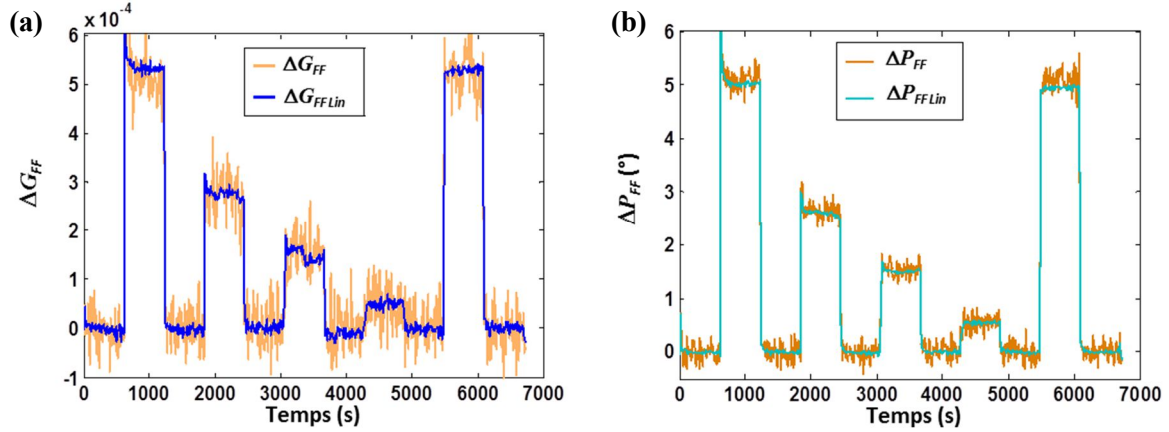
### 2.6.2.2 Mesures des variations du module et de la phase à fréquences fixes : $\Delta G_{FF}$ et $\Delta P_{FF}$

Sur les mêmes spectres de module et de phase issus de l'expérience présentée dans la partie 2.6.1, les méthodes de mesure des variations du module ou de la phase à fréquences fixes (partie 2.4) sont mises en œuvre. Les fréquences fixes, appelées aussi fréquences de mesure ( $f_{mes}$ ), choisies pour les spectres du module et de la phase sont respectivement 7110Hz et 7075Hz. Ces fréquences de mesure correspondent approximativement aux régions où la pente des spectres est maximale.

Visuellement, sur la Fig.2.10, on remarque que même sans le fit des spectres qui permet d'éliminer le bruit, la détection de 0.6% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> est possible ( $\Delta G_{FF}$  et  $\Delta P_{FF}$ ), contrairement aux méthodes classiques de mesure de la fréquence de résonance et du facteur de qualité (Fig.2.9). En outre, le fit des spectres du module et de la phase par les droites autour des fréquences de mesure ( $f_{mes}$ ) améliorent considérablement les RSB ( $\Delta G_{FF, Lin}$  et  $\Delta P_{FF, Lin}$ ) et rendent aisée la détection de 0.2% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>.

Les performances des méthodes basées sur le décalage du module et de la phase à fréquence fixe sont reportées sur le Tab.2.2. Sur celui-ci on peut voir la réduction du bruit qu'apportent les fits linéaires sur les spectres de module et de phase et par conséquent, l'amélioration des RSB de ces méthodes. La méthode de la variation de phase à fréquence fixe ajustée (fitée) par une droite présente le meilleur RSB (114) parmi toutes les méthodes testées jusqu'ici, grâce au faible bruit de la phase brute

(sans fit) par rapport au bruit du module brut qui provoquent respectivement des fluctuations de fréquence de résonance de 88 et 216mHz.



**Figure 2.10 :** Courbes de détection de  $H_2$  dans  $N_2$  (2, 1, 0.6, 0.2 et 2%) par : (a) la mesure des variations du module du gain à fréquence fixe sans fit ( $\Delta G_{FF}$ ,  $f_{mes} = 7110\text{Hz}$ ) et avec fit linéaire autour de  $f_{mes}$  ( $\Delta G_{FF Lin}$ , Fig.2.3); (b) la mesure des variations de la phase à fréquence fixe sans fit ( $\Delta P_{FF}$ ,  $f_{mes} = 7075\text{Hz}$ ) et avec fit linéaire autour de  $f_{mes}$  ( $\Delta P_{FF Lin}$ , Fig.2.4).

**Tableau 2.2 :** Performances des méthodes basées sur la mesure des variations du module et de la phase du gain à fréquence fixe sans fit ( $\Delta G_{FF}$ ,  $\Delta P_{FF}$ ) et avec fit ( $\Delta G_{FF Lin}$ ,  $\Delta P_{FF Lin}$ ).

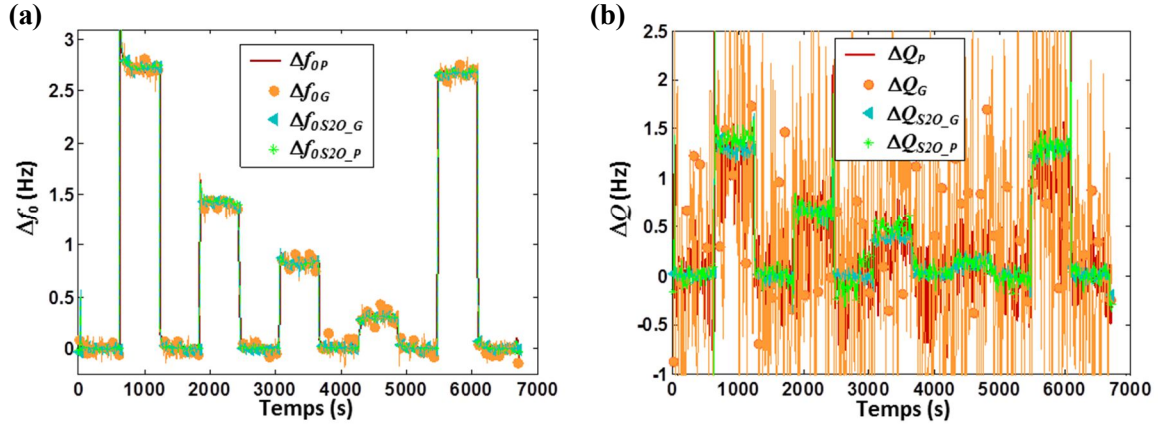
	Méthodes			
	$\Delta G_{FF}$	$\Delta G_{FF Lin}$	$\Delta P_{FF}$	$\Delta P_{FF Lin}$
<b>Signal (1% <math>H_2</math>)</b>	$25.68 \cdot 10^{-5}$	$26.89 \cdot 10^{-5}$	$2.54^\circ$	$2.515^\circ$
<b>Bruit</b>	$3.67 \cdot 10^{-5}$	$0.678 \cdot 10^{-5}$	$0.16^\circ$	$2.21 \cdot 10^{-3}^\circ$
<b>RSB (1% <math>H_2</math>)</b>	7	40	16	114

### 2.6.2.3 Mesures des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité à partir des équations des fits réalisés : $\Delta f_{0G}$ , $\Delta Q_G$ , $\Delta f_{0P}$ , $\Delta Q_P$ , $\Delta f_{0S2O\_G}$ , $\Delta Q_{S2O\_G}$ , $\Delta f_{0S2O\_P}$ , $\Delta Q_{S2O\_P}$

Les méthodes basées sur le fit des spectres du module et de la phase du gain présentées dans la partie 2.5 sont mises en œuvre. Les mesures des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité par les approximations polynomiales du module et de la phase du gain autour de la résonance sont effectuées grâce aux équations (2.2, 2.7) et (2.11, 2.16). Les fits des spectres du module et de la phase par le modèle d'un système passe-bas du second ordre sont réalisés en utilisant la méthode des moindres carrés non linéaire sous *Matlab*. Les résultats obtenus sont regroupés sur la Fig.2.11.

Sur la Fig.2.11.a, on remarque que la détermination des variations de la fréquence propre par un fit de type système passe-bas du second ordre ( $\Delta f_{0S2O\_G}$  pour le gain et  $\Delta f_{0S2O\_P}$  pour la phase) présentent un meilleur RSB par rapport aux méthodes d'approximations polynomiales ( $\Delta f_{0G}$  pour la gain et  $\Delta f_{0P}$  pour la phase). De même, d'après la Fig.2.11.b, les RSB de la mesure des variations du facteur de qualité par le fit d'un système de second ordre ( $\Delta Q_{S2O\_G}$  pour le gain et  $\Delta Q_{S2O\_P}$  pour la phase) s'avèrent avoir un meilleur RSB par rapport aux approximations polynomiales ( $\Delta Q_G$  pour le gain et  $\Delta Q_P$  pour la phase).

Le Tab.2.3 montre plus en détail les performances de chaque méthode. On y remarque que le fit du spectre de la phase par un système passe-bas du second ordre ( $\Delta f_{0\ S2O\_P}$ ) donne la meilleure mesure des variations de la fréquence propre en termes de *RSB*. Par ailleurs, le fit du gain par un système passe-bas du second ordre donne une meilleure mesure des variations du facteur de qualité ( $\Delta Q_{S2O\_G}$ ) avec un *RSB* de 18 (ce qui est bien supérieur à la valeur obtenue avec la méthode des -3 décibels ( $\Delta Q_{-3dB}$ )).



**Figure 2.11 :** Courbes de détection correspondant aux méthodes de fit des spectres du module et de la phase. (a) Mesure des variations de la fréquence propre par le fit linéaire de la phase ( $\Delta f_{0P}$ ), la parabolisation du gain ( $\Delta f_{0G}$ ) et les fits du module et de la phase par un système passe-bas du second ordre ( $\Delta f_{0S2O\_G}$ ,  $\Delta f_{0S2O\_P}$ ). (b) Mesure des variations du facteur de qualité par le fit linéaire de la phase ( $\Delta Q_P$ ), la parabolisation du module ( $\Delta Q_G$ ) et les fits du module et de la phase par un système passe-bas du second ordre ( $\Delta Q_{S2O\_G}$ ,  $\Delta Q_{S2O\_P}$ ).

**Tableau 2.3 :** Performances des méthodes de mesure des variations de la fréquence propre ( $f_0$ ) et du facteur de qualité ( $Q$ ) par le fit des spectres du module et de la phase par des approximations polynomiales ( $\Delta f_{0G}$ ,  $\Delta f_{0P}$ ,  $\Delta Q_G$  et  $\Delta Q_P$ ) et par un système passe-bas du second ordre ( $\Delta f_{0S2O\_G}$ ,  $\Delta f_{0S2O\_P}$ ,  $\Delta Q_{S2O\_G}$  et  $\Delta Q_{S2O\_P}$ ).

	Méthodes							
	$\Delta f_{0\ S2O\_G}$	$\Delta f_{0\ S2O\_P}$	$\Delta f_{0\ G}$	$\Delta f_{0\ P}$	$\Delta Q_{S2O\_G}$	$\Delta Q_{S2O\_P}$	$\Delta Q_G$	$\Delta Q_P$
<b>Signal (1% <math>H_2</math>)</b>	1.36Hz	1.37Hz	1.35Hz	1.36Hz	0.64	0.69	0.55	0.54
<b>Bruit</b>	10.4mHz	<b>7.1mHz</b>	59mHz	12.1mHz	<b><math>36.3 \cdot 10^{-3}</math></b>	$7 \cdot 10^{-3}$	1.11	0.21
<b>RSB (1% <math>H_2</math>)</b>	130	<b>190</b>	23	113	<b>18</b>	10	0.5	2.6

### 2.6.3 Influence du rapport bande fréquentielle de mesure sur nombre de points de mesure

Le rapport entre la bande fréquentielle de mesure (*BFM*) et le nombre de points de mesure (*NPM*) détermine le pas des mesures lors de l'acquisition des spectres avec un analyseur de réseaux. Ce rapport a bien sûr un impact sur la précision de la détermination de la fréquence de résonance et du facteur de qualité. Il est donc important de choisir une *BFM* (ou *span*) appropriée au nombre de points de mesures pour une meilleure précision. Dans cette partie, l'étude de l'influence du pas fréquentiel (*BFM/NPM*), lors de l'acquisition, sur les performances en termes de détection est effectuée. Il s'agit de reprendre les mêmes spectres du module et de la phase issus de l'expérience 2.6.1 (*BFM* = 300Hz et *NPM* = 1600 points) et de diminuer à chaque fois le *NPM* en prenant un point sur deux. Ceci permet d'obtenir à partir des spectres initiaux (*BFM* = 300Hz et *NPM* = 1600 points) d'autres spectres avec une

$BFM$  de 300Hz et des  $NPM$  de 800, 400, 200 et 100 points. Ainsi, l'influence du pas fréquentiel sur le  $RSB$  pourra être déterminée pour chaque méthode.

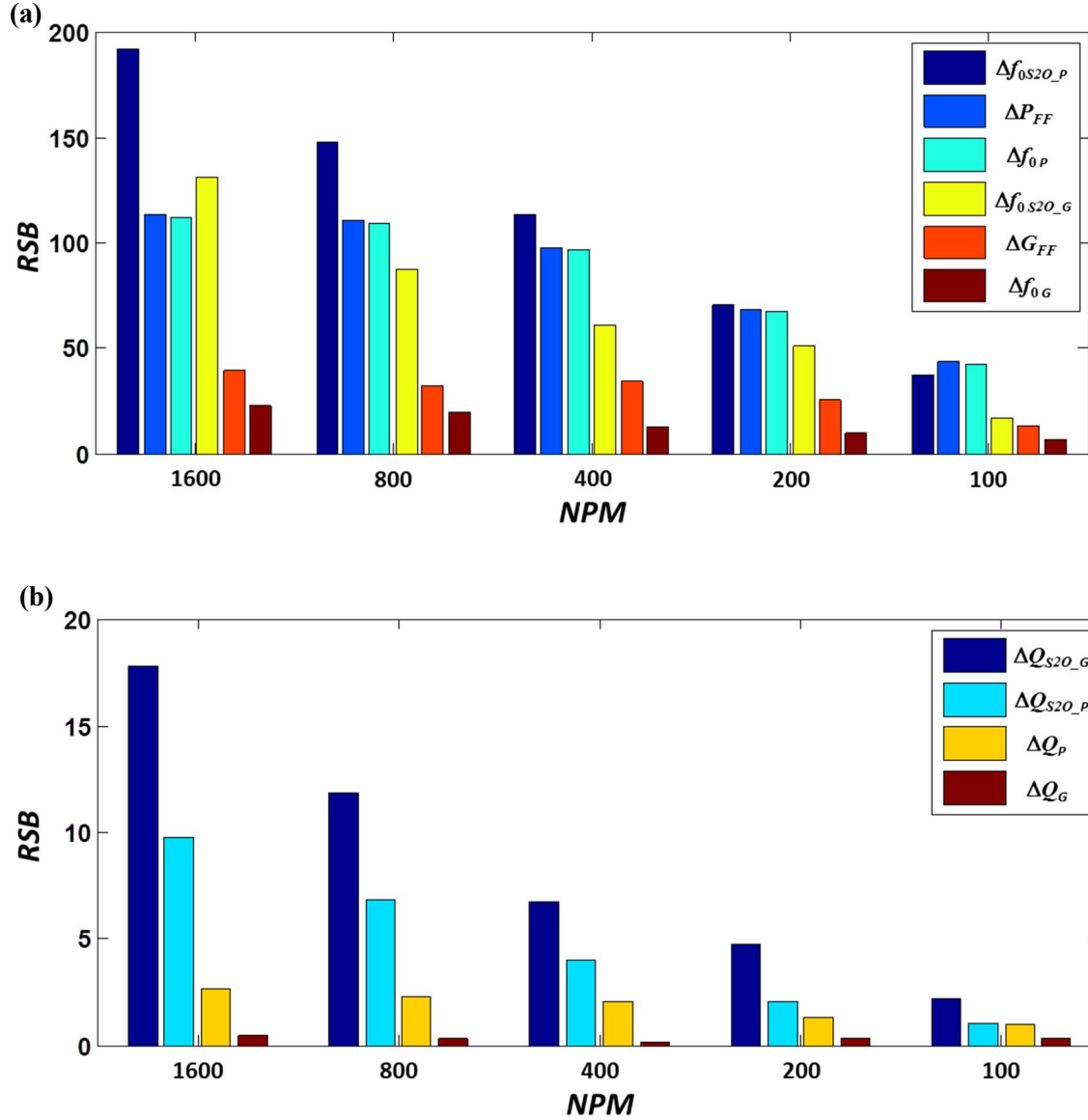
Afin de pouvoir comparer les performances de ces différentes méthodes en fonction du pas fréquentiel, un calcul du  $RSB$  est effectué pour chacune à partir de courbes de détection analogues à celles des Figs.2.9-11. Dans cette étude, seules les méthodes basées sur les variations du module et de la phase à fréquence fixe avec fit ( $\Delta G_{FF Lin}$  et  $\Delta P_{FF Lin}$ ), déduction des variations de la fréquence propre par fit ( $\Delta f_{0 P}$ ,  $\Delta f_{0 G}$ ,  $\Delta f_{0 S2O_P}$  et  $\Delta f_{0 S2O_G}$ ) et déduction des variations du facteur de qualité par fit ( $\Delta Q_P$ ,  $\Delta Q_G$ ,  $\Delta Q_{S2O_P}$  et  $\Delta Q_{S2O_G}$ ) sont étudiées. On rappelle que le signal correspond à la variation de l'amplitude ( $\Delta G_{FF Lin}$  ou  $\Delta P_{FF Lin}$ ), de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ) ou du facteur de qualité ( $\Delta Q$ ) entre 0% et 1% de  $H_2$  dans  $N_2$ . Tandis que le bruit est estimé par un calcul de l'écart-type pour chaque courbe de détection (comme Figs.2.9-11) à 100% de  $N_2$ . La limite de détection ( $LDD$ ) est définie comme étant le signal correspondant à 3 fois le bruit ( $RSB = 3$ ). Pour déterminer la  $LDD$  en termes de concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  (en %), il suffit de diviser 3 par le  $RSB$  de la méthode (déterminé à 1% de  $H_2$  dans  $N_2$ ).

La Fig.2.12 montre les  $RSB$  des différentes méthodes en fonction du  $NPM$  avec une  $BFM$  fixe de 300Hz. On remarque sur la Fig.2.12.a que le  $RSB$  diminue avec le  $NPM$ , ce qui est normal, car plus  $NPM$  est grand, plus petit est le pas fréquentiel de mesure de l'analyseur de réseaux (pas fréquentiel =  $BFM/NPM$ ). On remarque aussi que les méthodes basées sur le traitement du spectre de la phase sont les plus performantes ( $\Delta f_{0 S2O_P}$ ,  $\Delta P_{FF Lin}$  et  $\Delta f_{0 P}$ ) en termes de  $RSB$  en raison du faible bruit de la phase par rapport au module du gain. La méthode  $\Delta f_{0 S2O_P}$  est la meilleure en termes de  $RSB$  pour des petits pas fréquents (inférieurs ou égaux à 300Hz/200points = 1.5Hz dans notre cas), tandis que les méthodes  $\Delta P_{FF Lin}$  et  $\Delta f_{0 P}$  présentent les meilleurs  $RSB$  (quasiment égaux) pour les plus grands pas fréquents (supérieurs ou égaux à 300Hz/100points = 3Hz dans notre cas). Notons qu'avec ces méthodes il est possible de détecter des variations de fréquence propre plus faibles que le pas fréquentiel (pour 1% de  $H_2$  dans  $N_2$ ,  $\Delta f_r$  est de l'ordre de 1Hz et des concentrations de  $H_2$  plus faibles sont facilement détectées).

Compte tenu des expressions de la phase exprimées dans les Eqs.2.11-12, il est clair que le fit linéaire de la phase (Eq.2.11) est beaucoup plus simple et rapide que le fit avec l'expression de la phase d'un système passe-bas du second ordre (Eq.2.12). En prenant en compte les limites de détection que l'on souhaite atteindre, la linéarisation de la phase peut s'avérer beaucoup plus pratique d'utilisation. De plus, la sensibilité de la méthode  $\Delta P_{FF Lin}$  dépend du coefficient  $b_P$  (Eq.2.15) et donc du rapport  $Q/f_0$ . Cela signifie que pour une autre micropoutre (ou un autre résonateur) ayant la même fréquence propre mais avec un facteur de qualité plus grand et un bruit inférieur ou égal à celui de la poutre étudiée, la méthode  $\Delta P_{FF Lin}$  présentera un meilleur  $RSB$  pouvant même dépasser ceux de toutes les méthodes étudiées. D'autre part, les réponses spectrales des MEMS résonants mesurées électriquement (piézorésistif, capacitif, etc.) ne présentent pas souvent des réponses de type système passe-bas du second ordre (voir la partie 2.7) à cause des phénomènes de couplage ou de non-linéarités. Dans ces conditions, le fit des spectres par un modèle de système passe-bas du second ordre n'est pas possible et l'une des alternatives efficace est l'utilisation de la méthode  $\Delta P_{FF Lin}$  pour suivre les petites variations de la fréquence de propre.

Sur la Fig.2.12.b sont présentées les  $RSB$  des différentes méthodes de détermination des variations du facteur de qualité en fonction du  $NPM$ . Une première remarque qui peut être faite c'est que les méthodes de détermination du facteur de qualité présentent un bien moins bon rapport signal sur bruit que les méthodes de détermination de variation de la fréquence de résonance alors que la variation relative du facteur de qualité est bien plus élevée que celle de la fréquence de résonance lors des

détections. En effet, pour la poutre considérée, pour 1% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> la variation relative de fréquence de résonance est de l'ordre de 200ppm (1.36/7075) alors que la variation relative du facteur de qualité est de l'ordre de 6000ppm (0.64/110) donc 30 fois plus grande. De façon générale, on remarque que la méthode  $\Delta Q_{S2O\_G}$  présente le meilleur *RSB* suivie par la méthode  $\Delta Q_{S2O\_P}$  et ce quel que soit le pas fréquentiel (*BFM/NPM*). De plus, pour augmenter les *RSB* de ces deux méthodes, il est important de diminuer le pas fréquentiel. Par ailleurs, les méthodes  $\Delta Q_P$  et  $\Delta Q_G$  ne donnent pas des *RSB* satisfaisants pour mesurer de petites variations du facteur de qualité.



**Figure 2.12 :** Influence du nombre de points de mesure (*NPM*) sur le rapport signal sur bruit (*RSB*) à bande passante de mesure fixe (*BFM* = 300Hz) pour les différentes méthodes étudiées. (a) Méthodes de détermination des variations de la fréquence propre basées sur la mesure des variations du module et de la phase à fréquence fixe ( $\Delta G_{FF\ Lin}$  et  $\Delta P_{FF\ Lin}$ ) et sur le fit des spectres ( $\Delta f_{0G}$ ,  $\Delta f_{0P}$ ,  $\Delta f_{0S2O\_G}$  et  $\Delta f_{0S2O\_P}$ ). (b) Méthodes de détermination des variations du facteur de qualité par le fit des spectres ( $\Delta Q_G$ ,  $\Delta Q_P$ ,  $\Delta Q_{S2O\_G}$  et  $\Delta Q_{S2O\_P}$ ).



Le Tab.2.4 donne les valeurs numériques des *RSB* et *LDD* des méthodes du suivi des petites variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité pour les deux cas extrêmes, à savoir,  $NPM = 1600$  (pas fréquentiel = 0.1875Hz) et  $NPM = 100$  (pas fréquentiel = 3Hz).

**Tableau 2.4 :** Performances des méthodes du suivi des petites variations de  $f_r, f_0$  et  $Q$  en termes de *RSB* et *LDD* pour  $NPM = 1600$  et  $NPM = 100$ . ( $BFM = 300\text{Hz}$ ).

		$\Delta G_{FF}$ <i>Lin</i>	$\Delta P_{FF}$ <i>Lin</i>	$\Delta f_0$ <i>S2O_G</i>	$\Delta f_0$ <i>S2O_P</i>	$\Delta f_{0G}$	$\Delta f_{0P}$	$\Delta Q_{S2O_G}$	$\Delta Q_{S2O_P}$	$\Delta Q_G$	$\Delta Q_P$
<b>1600</b>	<b>RSB</b>	40	114	130	<b>190</b>	23	113		10	0.5	2.6
	<b>LDD (%)</b>	0.075	0.027	0.023	<b>0.016</b>	0.13	0.027	<b>0.17</b>	0.3	6	1.16
<b>100</b>	<b>RSB</b>	13.34	<b>43.39</b>	16.63	36.9	7.06	<b>42.26</b>	<b>2.2</b>	1.08	0.3	1
	<b>LDD (%)</b>	0.225	<b>0.069</b>	0.18	0.082	0.43	<b>0.071</b>	<b>1.37</b>	2.78	10.2	3

## 2.7 Couplage électrique dans les résonateurs

Autour de la résonance, le comportement des oscillateurs mécaniques est souvent assimilé à celui d'un système du second ordre [ALB91, PER98, MAN14]. Une analogie électromécanique est donc possible, le résonateur peut être modélisé par un circuit *RLC* série ou parallèle représentant la branche motionnelle du système mécanique. Lorsque les vibrations de ce dernier sont mesurées électriquement (mesure piézorésistive, capacitive. *etc.*), il arrive que les spectres de résonance (ex : module/phase) ne présentent pas les formes usuelles d'un système du second ordre. Ces distorsions des spectres sont généralement dues soit à la diaphonie entre le système d'actionnement et le système de détection (crosstalk), soit au couplage qu'introduisent les amplificateurs (électronique de conditionnement) et les câbles et fils de connexion, soit à la contribution de tous ces phénomènes. Toutefois, les distorsions du spectre de résonance peuvent aussi être d'origines mécaniques lorsque les mouvements du résonateur ne sont pas linéaires, généralement à cause de fortes amplitudes de déplacement [VIL13].

Lorsqu'il existe une distorsion sur un spectre de résonance, les méthodes de caractérisation basées sur le fit (partie 2.5) pour la mesure des paramètres  $f_0, f_r$  et  $Q$ , ou de leurs variations, ne sont souvent pas applicables en raison des formes des spectres qui ne correspondent pas aux modèles de fit [HEI11]. Dans ces conditions, seule la connaissance de la nature du couplage peut aider à trouver le modèle du fit approprié et déduire ainsi les paramètres  $f_0, f_r$  et  $Q$ . Toutefois, les méthodes de variation du module ou de la phase à fréquence fixe (partie 2.4), même en présence d'un couplage, peuvent toujours être utilisées afin de caractériser les variations de la fréquence de résonance. Il suffit d'avoir près de la résonance une zone pour laquelle le module ou la phase évolue linéairement avec la fréquence.

### 2.7.1 Diaphonie

Par définition, la diaphonie (crosstalk en anglais) est le phénomène d'interférence entre deux signaux qui a pour conséquence que l'on trouve les traces de l'un des signaux dans l'autre. Dans les résonateurs électromécaniques et particulièrement dans les oscillateurs MEMS (ex. micropoutres), les circuits d'actionnement et de détection (ex : actionnement électromagnétique et détection piézorésistive) sont très proches l'un de l'autre. Un signal se propageant sur un circuit provoque des variations de

tension et de courant créant ainsi des variations des champs électrique (diaphonie capacitive) et magnétique (diaphonie inductive). Ces variations induisent des courants et des tensions parasites dans le circuit adjacent provoquant une distorsion de la réponse électrique spectrale, image de la réponse mécanique du résonateur. Si le niveau de la diaphonie est assez élevé, le spectre de résonance peut être partiellement ou complètement englouti dans le spectre de couplage. L'intensité de ce phénomène dépend de la fréquence de résonance, de la distance séparant les deux circuits, de la longueur des conducteurs et des connexions mais aussi de l'électronique de conditionnement.

La représentation de la fonction de transfert d'un résonateur de type passe bande dans le plan complexe (partie réelle sur l'axe des abscisses et la partie imaginaire sur l'axe des ordonnées) forme un cercle dont la position du centre dépend de la phase à la résonance et donc du couplage [LEO02]. L'équation d'une telle fonction de transfert sans couplage est la suivante :

$$H^* = |H|e^{j\varphi} = \frac{j2\pi f H_0}{1 + j2\xi \frac{f}{f_0} - \frac{f^2}{f_0^2}} \quad (2.17)$$

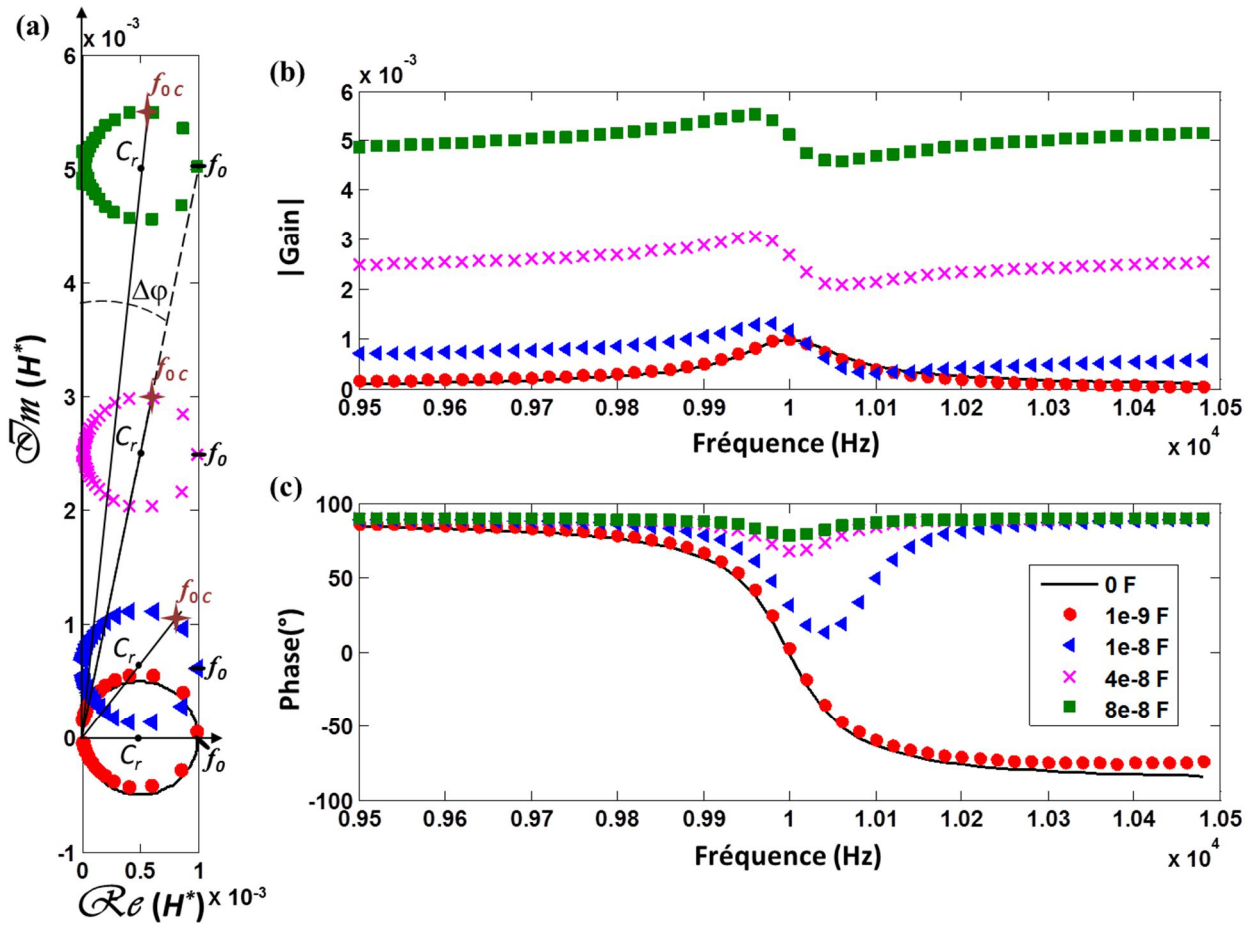
Tel que  $H^*$  est la fonction de transfert du résonateur passe-bande dans le plan complexe.

Ce type de fonction de transfert, symétrique par rapport à  $f_0$ , est en fait la dérivée de la fonction de transfert d'un système passe-bas du second ordre considéré jusqu'à présent (Eq.2.4 et Eq.2.12). Il s'agit donc d'une image de la vitesse du résonateur à force d'actionnement constante. Dans notre cas (détection piézorésistive), la fonction de transfert mesurée par les piézorésistance doit donc être multipliée par le terme  $j2\pi f$  (ou  $j\omega$ ) pour obtenir une fonction de transfert correspondant à l'Eq.2.17 et donc à l'image de la vitesse de la micropoutre.

La fonction de transfert correspondant à l'Eq.2.17 est analogue à l'admittance d'un circuit  $RLC$  série. La réponse spectrale de ce modèle électrique est représentée sur la Fig.2.13 dans le plan de Bode et de Nyquist en lignes noires continues avec comme paramètres :  $H_0 = C = 1\text{mF}$ ,  $f_0 = 1/(2\pi\sqrt{LC}) = 10\text{kHz}$  et  $Q = 1/(2\xi) = 1/(2\pi RCf_0) = 100$ . Dans ce cas de figure, la phase à la résonance,  $\varphi_0$ , vaut  $0^\circ$  (Fig.2.13.c), le module du gain est symétrique autour de la résonance (Fig.2.13.b) et le centre du cercle complexe est situé sur l'axe réel (Fig.2.13.a).

Lorsqu'il y a un couplage capacitif représenté par une capacité  $C_0$  en parallèle avec le circuit  $RLC$  série, la réponse spectrale est modifiée. La Fig.2.13 montre l'influence de la valeur de la capacité parasite ( $C_0 = 0, 1, 10, 40$  et  $80\text{ nF}$ ) sur cette réponse. En effet, quand la capacité du couplage,  $C_0$ , augmente, le cercle complexe s'éloigne de l'origine, la phase à la résonance,  $\varphi_0$  (angle entre le centre du cercle  $C_r$  et l'axe réel) ainsi que l'excursion de la phase,  $\Delta\varphi$  (variation de phase en fonction de la fréquence), diminuent comme on peut le voir sur la Fig.2.13.a et sur la Fig.2.13.c. On remarque aussi que ce couplage déforme la cloche (pic) de résonance qui perd sa symétrie (apparition d'une anti-résonance) et qui modifie la fréquence de résonance du système (Fig.2.13.b). Ce dernier effet peut aussi se voir sur le spectre dans le plan de Nyquist (Fig.2.13.a) où la modification (diminution) de la fréquence propre ( $f_{0C}$ ) dépend de la valeur de la capacité de couplage ( $C_0$ ).





**Figure 2.13 :** Influence d'une capacité de couplage ( $C_0$ ) parallèle à la branche motionnelle d'un résonateur passe-bande du second ordre de type circuit  $RLC$  série. (a) Spectre de la fonction de transfert dans le plan complexe. (b) Spectre du module. (c) Spectre de la phase.

## 2.7.2 Méthodes de découplage

Le couplage dans les oscillateurs MEMS est courant et affecte drastiquement leurs performances, il est donc impératif de s'en affranchir. La première solution s'appuie sur le bon choix des matériaux et de la géométrie lors de la conception du résonateur de manière à éviter les effets parasites, en augmentant par exemple la distance entre les conducteurs et en augmentant l'impédance équivalente séparant les circuits d'actionnement et de détection [VAN92, PIA07]. Une autre solution consiste à soustraire ce couplage par une compensation active en effectuant une mesure différentielle soit en utilisant une structure statique et identique au résonateur [LEE09, MAN14] soit en rajoutant simplement l'impédance [LEE09, PET13] ou le courant [FER05] à compenser.

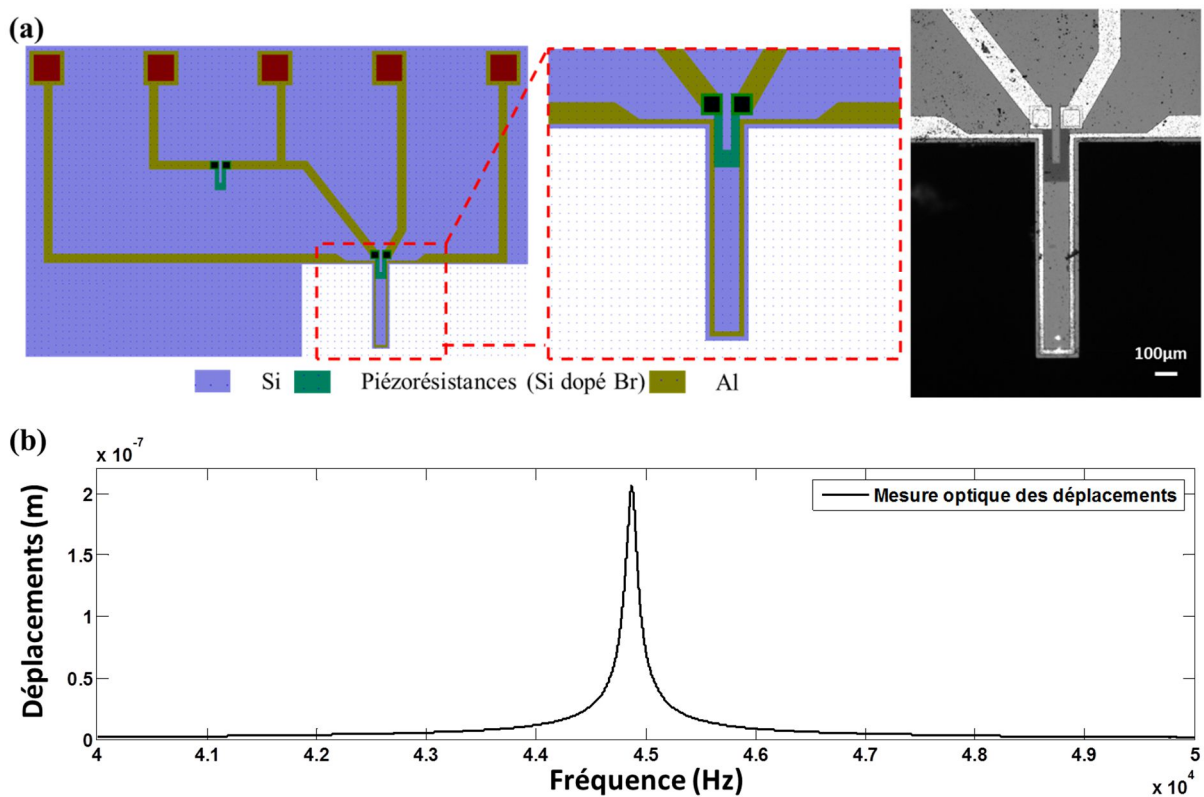
Niedermayer *et al* [NIE12] proposent une nouvelle approche de découplage des spectres de résonance en s'appuyant sur un traitement numérique des spectres mesurés. L'originalité de cette méthode vient du fait qu'elle ne requiert aucune calibration et aucune connaissance préalable de la nature du couplage. Les deux seules conditions à respecter pour assurer la robustesse du découplage et de l'estimation de  $f_0$  et  $Q$  sont : (1) le pic de résonance doit être centré sur une bande de fréquence de mesure ( $BFM$  ou  $span$ ) au moins dix fois plus grande que la bande passante à -3dB et (2) le nombre de points de mesure ( $NPM$ ) doit être au minimum supérieur ou égal à 800. Le principe de fonctionnement

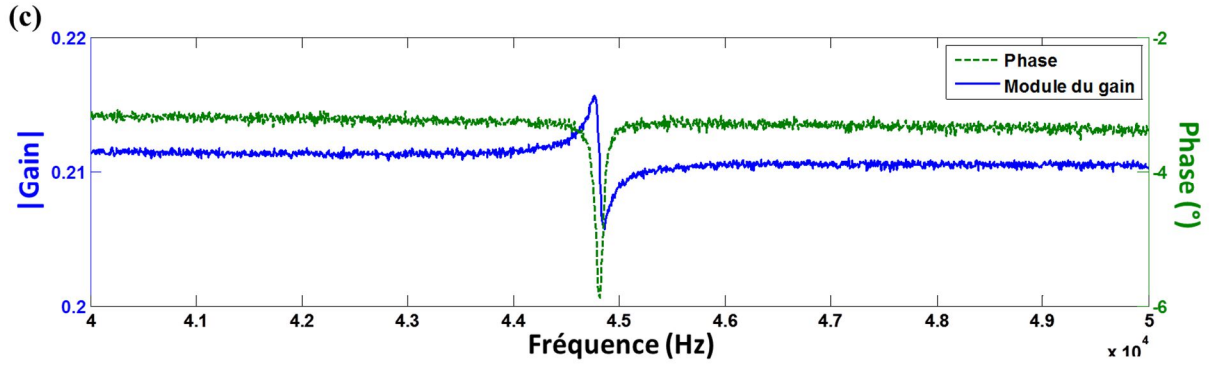
de cette méthode est basé sur une recherche itérative d'une approximation polynomiale (méthode des moindres carrés non linéaire) de la ligne de base des spectres de résonance (couplage), de manière à ce que la dissociation de ce dernier du spectre de résonance mesuré donne un spectre de résonance d'un système du second ordre. Dans ce qui suit, un exemple concret de l'utilisation de cette méthode est présenté pour permettre de voir l'intérêt d'une telle méthode de découplage.

### 2.7.3 Exemple d'un découplage par la méthode de Niedermayer

Une de nos micropoutres en silicium ayant les dimensions suivantes :  $L \times b \times h = 500 \times 100 \times 5 \mu\text{m}^3$  (Fig.2.14), présente un couplage assez conséquent sur la réponse électrique du premier mode de résonance en flexion hors-plan ( $f_r \approx 44.8\text{kHz}$  et  $Q \approx 520$ ). Les images de cette micropoutre, sa réponse mécanique mesurée au vibromètre optique (*MSA 500 Polytec*) ainsi que sa réponse électrique mesurée avec un analyseur gain-phase (*Agilent E5061B*) sont présentées dans la Fig.2.14. Idéalement, la mesure électrique doit être une image quasi-parfaite de la réponse mécanique, cependant, on constate une distorsion considérable du spectre du module du gain (Fig.2.14.c) en le comparant à la réponse mécanique réelle de la micropoutre (Fig.2.14.b). Ceci est dû en grande partie à la faible distance séparant le circuit d'actionnement et le circuit de détection comme on peut le voir sur la Fig.2.14.a.

Notons qu'afin d'appliquer la méthode de Niedermayer, la fonction de transfert complexe issue de la mesure des spectres de déplacement du module et de la phase (Fig.2.14.d) a été multipliée par  $j\omega$  afin d'obtenir la fonction de transfert d'un passe-bande (Eq.2.17) correspondant à un cercle dont le centre est sur l'axe des réels en l'absence de couplage.





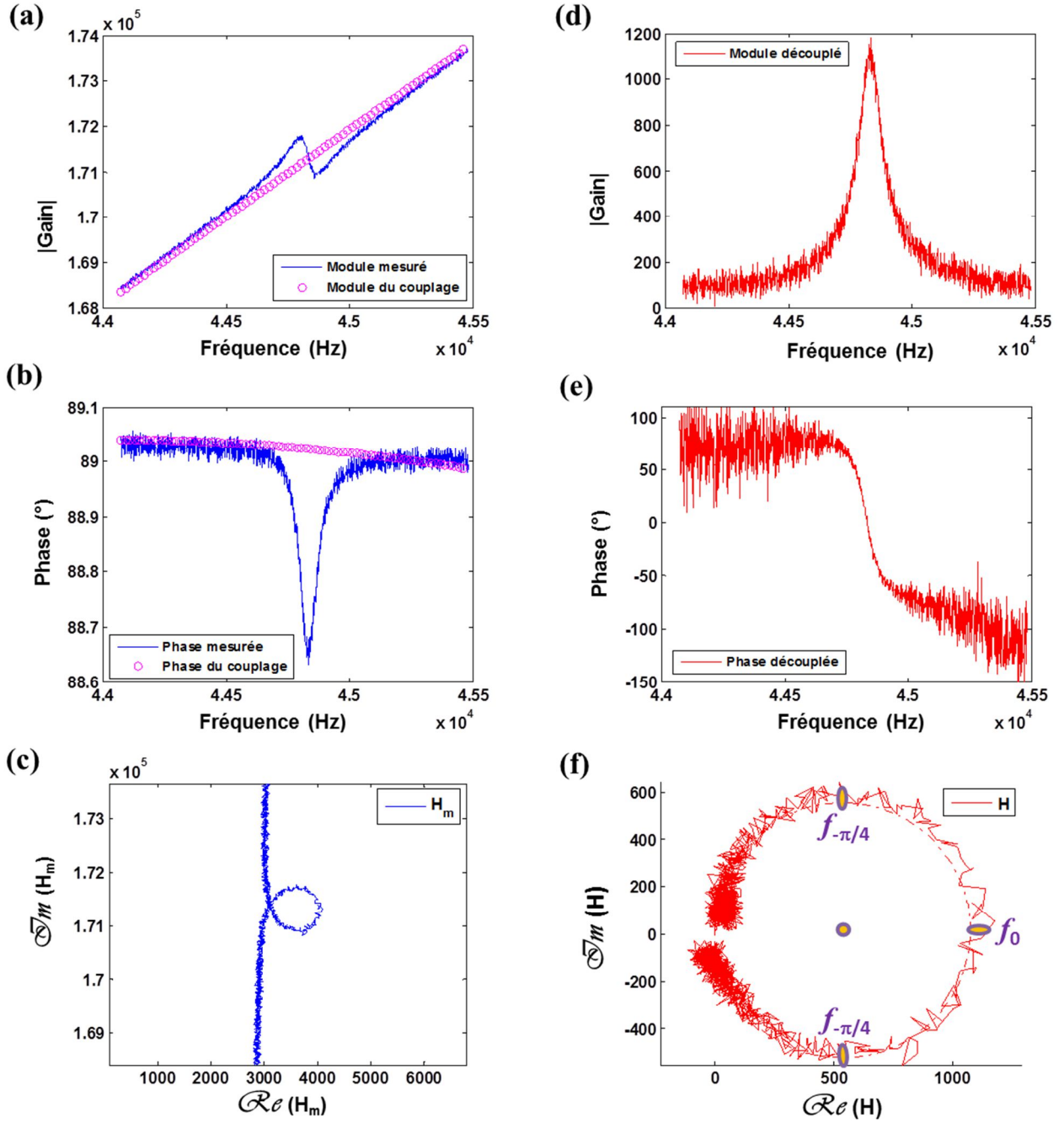
**Figure 2.14** : Images de la micropoutre (ASN\_5 $\mu$ m) en silicium sans couche sensible avec actionnement électromagnétique et détection piézorésistive et ayant les caractéristiques suivantes : longueur ( $L$ )  $\times$  largeur ( $b$ )  $\times$  épaisseur ( $h$ ) = 500  $\times$  100  $\times$  5  $\mu$ m<sup>3</sup>,  $f_r \approx 44.8$  kHz et  $Q \approx 520$ . (b) Mesure des déplacements mécaniques de la micropoutre au vibromètre optique (MSA 500 Polytec [WEB01]). (c) Mesure des spectres du module du gain et de la phase à l'analyseur gain-phase (Agilent E5061B).

La dérivation de la fonction de transfert électrique de la poutre (ou multiplication par  $j\omega$ ) a donnée les spectres représentés dans la Fig.2.15.a-c. Le spectre de Nyquist (Fig.2.15.c) est très éloigné de l'origine et ne présente pas une forme circulaire, ce qui caractérise un fort couplage comme on peut le voir sur la très faible excursion de la phase sur la Fig.2.15.b ( $\Delta\phi \approx 0.4^\circ$ ). Pour découpler les spectres du module du gain et de la phase en courbes bleues sur les Fig.2.15.a-b, la méthode de Niedermayer *et al.* [NIE12] est appliquée. Elle consiste à trouver la fonction de transfert du couplage en cherchant les approximations polynomiales des lignes de base des spectres du module et de la phase (courbes en petits cercles roses sur Fig.2.15.a-b) de manière à satisfaire la relation suivante :

$$H_m = H - H_c \quad (2.18)$$

Tels que  $H_m$ ,  $H$  et  $H_c$  sont respectivement la fonction de transfert de la micropoutre sans découplage (mesurée), la fonction de transfert d'un système passe-bande (Eq.2.17) et la fonction de transfert du couplage.

Le traitement de la fonction de transfert mesurée ( $H_m$ ) par cette méthode [NIE12] donne le cercle dans le plan complexe de la Fig.2.15.f correspondant à celui d'un système passe-bande (Eq.2.17). Sur ce cercle, les fréquences comprises entre  $f_{-\pi/4}$  et  $f_{\pi/4}$  correspondent à la bande passante à -3dB permettant de calculer le facteur de qualité ( $Q$ ). Quant aux spectres du module et de la phase découplés (Fig.2.15.d-e), on remarque que le module retrouve la forme classique d'une résonance d'un système passe-bande (pic symétrique) et que la phase présente une excursion,  $\Delta\phi$ , d'environ  $180^\circ$  (conséquence du fait que le cercle est très proche de l'origine) avec une phase à la résonance,  $\phi_0$ , de  $0^\circ$ . Pour, retrouver les spectres de déplacement, il suffit d'intégrer (diviser par  $j\omega$ ) la fonction de transfert du passe-bande (vitesse) issue du traitement de Niedermayer.

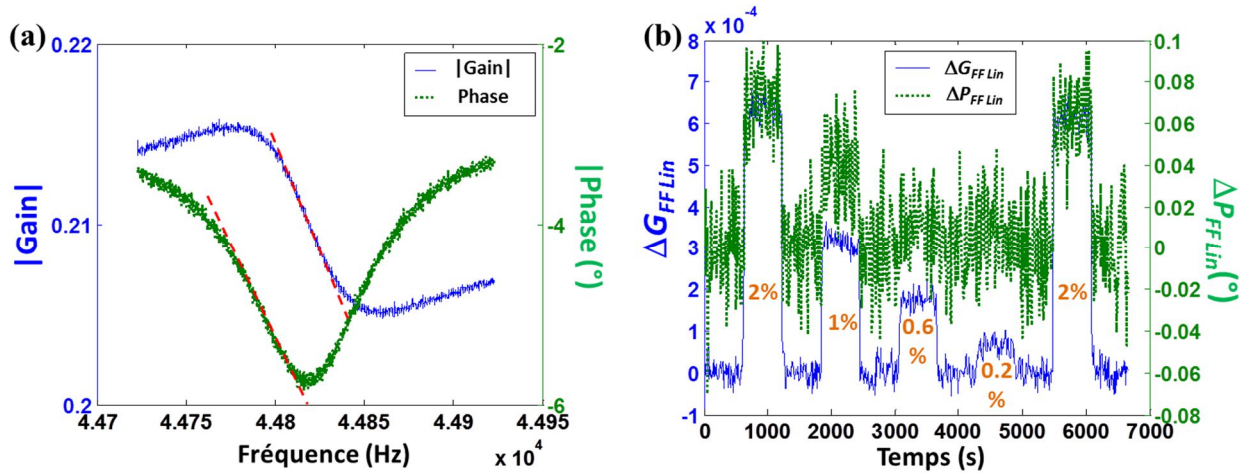


**Figure 2.15 :** Méthode de Niedermayer [NIE12] permettant le découplage des spectres de résonance de type système du second ordre. (a) Spectre du module mesuré (courbe bleue en ligne continue) et spectre du module de couplage (courbe en points de couleur rose). (b) Spectre de la phase mesuré (courbe bleue en ligne continue) et spectre de la phase du couplage (courbe en points de couleur rose). (c) Spectre de la résonance mesuré dans le plan de Nyquist. (d) Spectre du module découplé. (e) Spectre de la phase découplé. (f) Spectre de la résonance découplé dans le plan de Nyquist,  $f_0$  est la fréquence propre et  $\Delta f_{-3dB} = f_{-3\pi/4} - f_{-\pi/4}$ .

Cette méthode de découplage est très efficace pour la mesure de la fréquence de résonance (ou propre) et du facteur de qualité mécaniques (réels) des résonateurs. Cependant, elle est assez lourde à mettre en œuvre et pas forcément utile pour le suivi des variations de la fréquence de résonance d'un résonateur à spectres couplés. Dans ce cas, l'une des méthodes de variation du module du gain ou de la

phase à fréquence fixe présentées dans les parties 2.4.1-2 ( $\Delta G_{FF Lin}$  et  $\Delta P_{FF Lin}$ ) peut suffire. Afin d'illustrer les performances de ces deux méthodes en termes de détection sur des spectres couplés, une mesure de différentes concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$  (2% - 0.2%) est effectuée (mêmes conditions que dans la partie 2.6.1) en utilisant la micropoutre présentée dans cette partie. Les résultats de détection sont présentés dans la Fig.2.16 qui montre : (a) les spectres du module (courbe bleue en ligne continue) et de la phase (courbe verte en pointillés) ainsi que les droites de linéarisation (lignes rouges discontinues) et (b) les courbes de détection de  $H_2$  dans  $N_2$  en utilisant les méthodes  $\Delta P_{FF Lin}$  et  $\Delta G_{FF Lin}$ .

Le bruit du module du gain sur la pente maximale induit des fluctuations de 12 $\mu$ Hz sur la mesure de la fréquence, tandis que le bruit de la phase autour de la pente maximale induit 20 $\mu$ Hz de fluctuation sur la mesure de la fréquence. En d'autres termes, le spectre du module est moins bruité que celui de la phase. C'est pour cette raison que, contrairement à la poutre étudiée dans la partie 2.6, le suivi des variations de la fréquence de résonance par la méthode  $\Delta G_{FF Lin}$  s'avère plus intéressante en termes de *RSB*. Les résultats de la Fig.2.16.b montrent qu'un suivi des variations de la fréquence de résonance sur un spectre couplé est possible sans découplage préalable.



**Figure 2.16 :** Mesure des variations de la fréquence de résonance en fonction de la concentration de  $H_2$  dans  $N_2$ . (a) Spectres du module du gain (ligne bleue continue) et de la phase (pointillés verts) ainsi que les droites de linéarisation autour des pentes maximales (lignes rouges discontinues). (b) Courbes de détection en utilisant les méthodes  $\Delta P_{FF Lin}$  et  $\Delta G_{FF Lin}$ .

## 2.8 Conclusion

Dans ce chapitre, des méthodes de détermination de faibles variations de la fréquence de résonance, de la fréquence propre et du facteur de qualité ont été abordées. De nouvelles méthodes ont été présentées, il s'agit des approximations polynomiales des spectres du module du gain et de la phase autour de la résonance. Une autre solution qui consiste à mesurer les variations du module ou de la phase à fréquence fixe en utilisant les droites tangentes aux courbes au niveau des pentes maximales a été présentée. Une étude des performances en termes de rapport signal sur bruit (*RSB*) et du pas fréquentiel (*BFM/NPM*) des méthodes a été effectuée. Les résultats de cette étude montre que le fit de la phase par celle d'un système passe-bas du second ordre donne un meilleur rapport signal sur bruit pour l'estimation des variations de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ) pour de faibles pas de mesure (pas fréquentiel  $\leq 1.5$ Hz dans notre cas). En revanche, pour de plus grands pas de mesure (supérieurs à 3Hz dans notre cas), les méthodes de mesure basées sur la linéarisation de la phase ( $\Delta P_{FF Lin}$  et  $\Delta f_{0 P}$ ) donnent

les meilleurs rapports signal sur bruit lorsque le spectre de la phase est moins bruité et ayant une pente maximale plus grande que celle du spectre du module du gain. En plus de sa simplicité, la linéarisation de la phase ne nécessite pas l'acquisition du spectre sur une large bande fréquentielle de mesure (*BFM* ou *span*) ce qui permet de diminuer le pas fréquentiel et donc d'augmenter le rapport signal sur bruit. A noter aussi que la méthode  $\Delta P_{FFLin}$  peut s'avérer beaucoup plus sensible pour la mesure de petites variations de la fréquence de résonance dans le cas des résonateurs à fort facteur de qualité. Concernant la mesure des variations du facteur de qualité ( $\Delta Q$ ), le meilleur rapport signal sur bruit est obtenu avec le fit du module du gain avec le modèle d'un système passe-bas du second ordre et ce, quel que soit le pas fréquentiel.

Par ailleurs, les résonateurs MEMS souffrent souvent de phénomènes de couplage qui déforment leur réponse spectrale, rendant ainsi leur caractérisation plus fastidieuse. Une des solutions efficace est l'utilisation de la méthode  $\Delta P_{FFLin}$  ou  $\Delta G_{FFLin}$  (cela dépend de la pente maximale autour de la résonance et du bruit du spectre) en choisissant un bon pas fréquentiel permettant d'obtenir des rapports signal sur bruit satisfaisants. Toutefois, des méthodes de découplage permettant d'annuler les effets parasites ou d'extraire la réponse mécanique de la réponse électrique mesurée existent. La méthode de Niedermayer *et al.* [NIE12] est l'une des meilleures solutions permettant de découpler les spectres de résonance. Il s'agit d'une méthode numérique ne nécessitant aucun calibrage ni connaissance préalable de la nature du couplage, ce qui facilite énormément la caractérisation de ces résonateurs électromécaniques. En revanche, dans une approche d'intégration, les méthodes de compensation active énoncées dans ce chapitre sont à adopter pour éviter de lourds calculs, coûteux et fastidieux.



## 2.8 Bibliographie

- [ABD13] A. Abdallah, M. Heinisch, B. Jakoby, Measurement error estimation and quality factor improvement of an electrodynamic-acoustic resonator sensor for viscosity measurement, *Sensors and Actuators A*, 199 (2013), pp 318–324.
- [ALB91] T.R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, D. Rugar, Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity, *Journal of Applied Physics*, 69 (1991), pp 668–673.
- [BIR13] B. A. Bircher, L. Duempelmann, K. Renggli, H. P. Lang, C. Gerber, N. Bruns, T. Braun, Real-Time Viscosity and Mass Density Sensors Requiring Microliter Sample Volume Based on Nanomechanical Resonators *Analytical Chemistry*, 85 (2013), pp 8676-8683.
- [CUI10] V. Cuisset, Utilisation de micropoutres sans couche sensible en vibration pour la detection d'espèces gazeuses-Réalisation d'un réseau de gaz pilotable, *Mémoire de fin d'étude ingénieur CNAM*, (2010).
- [FER05] V. Ferrari, A. Ghisla, D. Marioli, A. Taroni, Silicon resonant accelerometer with electronic compensation of input-output cross-talk, *Sensors and Actuators A*, 123-124 (2005), pp 258-266.
- [HEI11] M. Heinisch, E. K. Reichel, I. Dufour, B. Jakoby, A resonating rheometer using two polymer membranes for measuring liquid viscosity and mass density, *Sensors and Actuators A*, 172 (2011), pp 82-87.
- [LEE09] J. E. -Y. Lee, A. A. Seshia, Parasitic feedthrough cancellation techniques for enhanced electrical characterization of electrostatic microresonators, *Sensors and Actuators A*, 156 (2009), pp 36-42.
- [LEE12] J.E.Y. Lee, Y. Xu, Direct inference of parameters for piezoresistive micromechanical resonators embedded in feedthrough, *Sensors and Actuators A*, 186 (2012), pp 257–263.
- [LEM13] E. Lemaire, B. Caillard, M. Youssry, I. Dufour, High-frequency viscoelastic measurements of fluids based on microcantilever sensing: New modeling and experimental issues, *Sensors and Actuators A*, 201 (2013), pp 230-240.
- [LEO02] K. Leong, J. Mazierska, Precise measurement of the Q factor on dielectric resonators in the transmission mode-Accounting for noise, crosstalk, delay of uncalibrated lines, coupling losses and coupling reactance, *IEE Transaction on Microwave Theory and Techniques*, 50 (2002), pp 2115-2127.
- [LIU11] S. Liu, Y. Wang, Chapter 6- A review of the application of atomic force microscopy (AFM) in food science and technology, *Advances in Food and Nutrition Research*, 62 (2011), pp 201-240.
- [MAN14] T. Manzaneque, V. Ruiz-Díez, J. Hernando-García, E. Wistrela, M. Kucera, U. Schmid, J. L. Sánchez-Rojas, Piezoelectric MEMS resonator-based oscillator for density and viscosity sensing, *Sensors and Actuators A*, 220 (2014), pp 305-315.
- [NIE12] A. O. Niedermayer, T. Voglhuber-Brunnmaier, J. Sell, B. Jakoby, Methods for the robust measurement of the resonant frequency and quality factor of significantly damped resonating devices, *Measurement Science and Technology*, 23, 085107 (2012), 11pp.
- [PER98] P. J. Pertersan, S. M. Anlage, Measurement of resonant frequency and quality factor of microwave resonators: Comparison of methods, *Journal of Applied Physics*, 84 (1998), 3392.

- [PET13] J. Pettine, M. Patrascu, D. M. Karabacak, M. Vandecasteele, V. Petrescu, S. H. Brongersma, M. Crego-Calama, C. Van Hoof, Volatil detection system using piezoelectric micromechanical resonators interfaced by an oscillator redout, *Sensors and Actuators A*, 189 (2013), pp 496-503.
- [PIA07] G. Piazza, A; P. Pisano, Two-port stacked piezoelectric aluminum nitride contour-mode resonant MEMS, *Sensors and Actuators A*, 136 (2007), pp 638-645.
- [SCH08] S. Schmid, P. Senn, C. Hierold, Electrostatically actuated nonconductive polymer microresonators in gaseous and aqueous environment, *Sensors and Actuators A*, 145–146 (2008), pp 442–448.
- [SPA11] D. Sparks, R. Smith, J. Patel, N. Najafi, A MEMS-based low pressure, light gas density and binary concentration sensor, *Sensors and Actuators A*, 171 (2011), pp 159-162.
- [TET10] S. Tétin, B. Caillard, F. Ménil, H. Debéda, C. Lucat, C. Pellet, I. Dufour, Modeling and performance of uncoated microcantilever-based chemical sensors, *Sensors and Actuators B*, 143 (2010), pp 555-560.
- [VAN92] C; J. Van Mullem, H. A. C. Tilmans, A. J. Mouthaan, J. H. J. Fluitman, electrical cross-talk in two-port resonators-The resonant silicon beam force sensor, *Sensors and Actuators A*, 31 (1992), pp 168-173.
- [VIL13] L. G. Villanueva, R. B. Karabalin, M. H. Matheny, D. Chi, J. E. Sader, M. L. Roukes, Non linearitiy in nanomechanical cantilevers, *Physical Review B*, 87 (2013), pp 024304-8.
- [WEB01] Manuel du MSA-500, Micro System Analyzer, Polytec, [www.polytec.com](http://www.polytec.com)
- [XU09] S. Xu, R. Mutharasan, A novel method for monitoring mass-change response of piezoelectric-excited millimeter-sized cantilever (PEMC) sensors, *Sensors and Actuators B*, 143 (2009), pp 144-151.





***Chapitre 3 : Amélioration de la  
sensibilité des micropoutres aux  
variations de la masse volumique  
du gaz***



## ***SOMMAIRE***

<b>Chapitre 3 : Amélioration de la sensibilité des micropoutres aux variations de la masse volumique du gaz .....</b>	<b>101</b>
3.1 Introduction.....	105
3.2 Motivations .....	106
3.3 Dimensionnement des micropoutres .....	107
3.3.1 Sensibilité de la micropoutre à la masse volumique du gaz .....	107
3.3.2 Choix de la méthode d'actionnement et de détection .....	108
3.3.3 Choix des géométries .....	108
3.3.4 Emplacement des piézorésistances .....	110
3.4 Fabrication des micropoutres .....	111
3.5 Etude expérimentale de la sensibilité .....	112
3.5.1 Mise en œuvre .....	112
3.5.2 Influence de la géométrie .....	113
3.5.3 Influence des dimensions .....	114
3.5.3.1 Influence de l'épaisseur .....	115
3.5.3.2 Influence de la longueur et de la largeur .....	115
3.5.4 Confrontation entre les mesures et le modèle.....	116
3.5.5 Conclusion .....	118
3.6 Considérations électromécaniques pour l'amélioration des performances .....	119
3.6.1 Influence du courant d'actionnement et des tensions de polarisation.....	119
3.6.1.1 Courant d'actionnement.....	120
3.6.1.2 Tension de polarisation .....	122
3.6.1.3 Limite de détection .....	126
3.6.1.4 Conclusion .....	127
3.6.2 Investigation des modes supérieurs .....	128
3.6.3 Exploitation du comportement non-linéaire.....	129
3.7 Conclusion .....	132
3.8 Bibliographie .....	134



### 3.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, une comparaison de différentes méthodes de détermination de faibles variations de la fréquence de résonance a été faite. Dans ce chapitre, toute l'attention est particulièrement portée sur l'amélioration de la sensibilité intrinsèque d'une micropoutre résonante vis-à-vis de la masse volumique du gaz environnant.

L'étude du comportement des micropoutres sans couche sensible en milieu fluide (gaz ou liquide) a montré la bonne sensibilité de certaines géométries vis-à-vis de la masse volumique des gaz [ROS14, TET10] ainsi que de la masse volumique [ZHA14] et/ou de la viscosité [LEM13, BIR13] des liquides. Dans une perspective de détection chimique en milieu gazeux utilisant le principe de la mesure de la masse volumique, la variation de celle-ci est l'image de l'évolution de la concentration d'une espèce chimique dans le mélange, lorsque les conditions atmosphériques sont constantes (température, pression et humidité) [TET10, SPA11]. L'absence de couche sensible dans ce type de capteur de gaz pénalise leur sensibilité et l'optimisation de leur sensibilité ne peut se faire que par une optimisation de la géométrie de leur structure.

Dans la littérature, l'optimisation de la géométrie de structures de type micropoutres a déjà été rapportée pour d'autres cas de détection. Par exemple, en mode de flexion statique, Loui *et al.* [LOU08] ont montré que les structures rectangulaires ayant un faible rapport d'aspect ( $L/b$ ) sont plus sensibles aux contraintes mécaniques surfaciques et que les structures à rapport d'aspect élevé sont plus sensibles aux charges (masse ou force) sur l'extrémité libre de la micropoutre. Dans le cas d'un fonctionnement en mode dynamique, la sensibilité d'un microlevier vis-à-vis d'un effet de masse est proportionnelle à sa fréquence de résonance. Cette dernière est proportionnelle à la racine carrée de la rigidité ( $k$ ) et inversement proportionnelle à la racine carrée de la masse effective ( $m_{eff}$ ). Par conséquent, la majorité des travaux de recherche visant à améliorer la sensibilité des micropoutres résonantes par rapport à l'effet de masse se sont concentrées sur l'augmentation de la rigidité et/ou la diminution de la masse effective en utilisant différentes méthodes. Hocheng *et al.* [HOC12] ont démontré, en utilisant différentes formes de microleviers, que plus la rigidité de la structure est grande, meilleure est sa sensibilité. De même, Subramanian *et al.* [SUB09] ont suggéré l'utilisation d'une géométrie en forme de V (ou triangulaire) ou avec un profil de largeur non linéaire (forme d'arc) afin d'augmenter la rigidité mécanique et donc la sensibilité massique. Dans le cas d'applications biocapteurs en mode statique ou dynamique Ansari *et al.* [ANS09] ont défini une sensibilité globale, comme étant le produit entre la déflexion statique et la fréquence de résonance (mode statique et mode dynamique). Ils ont proposé l'utilisation d'une section transversale non-uniforme (donnant une rigidité  $k$  plus grande et une masse effective  $m_{eff}$  plus petite) et la réduction de la largeur de la poutre à l'encastrement (augmentation de la déflexion statique). Les auteurs suggèrent des profils de section latérale triangulaires ou par étape (escaliers) à la place des profils rectangulaires conventionnels. Dans le cas des charges massiques sur l'extrémité libre, Morshed *et al.* [MOR06] ont démontré par des simulations que les structures à fort rapport d'aspect ( $L/b$ ) sont plus sensibles aux variations locales de la masse. De plus, ils suggèrent l'utilisation d'une forme triangulaire du microlevier afin d'améliorer sa rigidité et de minimiser sa masse effective à l'extrémité libre. Par ailleurs, pour améliorer les performances des microleviers dans le milieu liquide, Beardslee *et al.* [BEA12] ont étudié l'influence de la géométrie de la poutre à la fois sur le facteur de qualité et sur la fréquence de résonance dans un milieu liquide (eau) et ce, dans le but de limiter l'effet de l'amortissement visqueux et ainsi d'améliorer la limite de détection chimique. Les auteurs de ses travaux ont rapporté que l'utilisation du mode de flexion dans le plan (flexion latérale) réduit l'amortissement et la masse de fluide (liquide) mis en mouvement par la structure, et que les

poutres larges ( $b$  grand), minces ( $h$  petit) et courtes ( $L$  petit) vibrant dans le plan sont plus adaptées aux détections chimiques en phase liquide.

Par ailleurs, les modes de résonance supérieurs peuvent être une bonne alternative pour augmenter la fréquence de résonance des micropoutres et donc leur sensibilité [LOC05, LI09, NAR09]. D'autre part, l'amélioration de cette sensibilité peut aussi passer par le bon choix du matériau. En effet, certains matériaux présentent des rapports module d'Young sur masse volumique ( $E/\rho$ ) beaucoup plus intéressants que le silicium tels que le carbure de silicium (SiC,  $E = 700\text{GPa}$ ,  $\rho = 3216\text{kg.m}^{-3}$ ) et le diamant monocristallin ( $E = 1050\text{-}1200\text{GPa}$ ,  $\rho = 3520\text{kg.m}^{-3}$ ) [BON11]. L'utilisation de ces matériaux permet d'augmenter la fréquence de résonance, ce qui améliore la sensibilité à l'effet de masse. De plus, l'exploitation des phénomènes de non-linéarités des MEMS/NEMS résonants peut s'avérer très intéressante pour certaines applications telles que la récupération d'énergie ou la détection de masse [AND10, YOU09, RHO08]. L'investigation de ce phénomène par Waugh *et al.* [WAU11], dans le cas des microponts (micropoutre encastrée aux deux extrémités) sans couche sensible, a montré que leur sensibilité vis-à-vis de la masse volumique et de la viscosité du gaz est plus importante que dans le cas d'un fonctionnement en régime linéaire.

Dans ce chapitre, l'objectif majeur est la détermination de la géométrie et des dimensions optimales pour la mesure de la masse volumique du gaz. Comme les considérations électromécaniques à savoir, l'influence de la force d'actionnement et les tensions de polarisation, sont aussi cruciales dans la détermination des performances de la micropoutre, un exemple d'étude a été réalisé sur une structure. Par ailleurs, une étude de la sensibilité des modes supérieurs de deux poutres ainsi qu'un exemple de détection réalisée sur une poutre en mode non-linéaire sont présentés.

### 3.2 Motivations

La fréquence de résonance est un paramètre clé dans la détermination de la sensibilité des micropoutres par rapport l'effet de masse. Les recherches menées et citées dans la partie précédente (3.1) se sont toutes intéressées à l'amélioration de ce paramètre, que ce soit en augmentant la rigidité, en diminuant la masse effective ou en combinant les deux. Une micropoutre résonante en interaction avec le fluide environnant subit une répartition de la masse sur sa structure. Cette répartition dépend des propriétés physiques du fluide (masse volumique et viscosité), de la fréquence de vibration ainsi que de la largeur de la poutre [SAD98]. Ainsi, bien que la fréquence de résonance soit un paramètre important pour la sensibilité à l'effet de masse, la géométrie et les dimensions de la structure jouent aussi un rôle important dans la détermination de la sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du fluide environnant.

D'autre part, la force d'actionnement et les tensions de polarisation jouent un rôle important dans la détermination du rapport signal sur bruit (amplitude du signal de sortie sur l'amplitude du bruit), de la température de la structure ainsi que du régime de fonctionnement (régime linéaire ou non-linéaire). Le bon choix de la force d'actionnement et des tensions de polarisation permet d'améliorer le rapport signal sur bruit et donc la limite de détection du capteur. Etant donné que la sensibilité est proportionnelle à la fréquence de résonance, les modes de résonance supérieurs ont donc, *a priori*, de plus grandes sensibilités que le premier mode.

L'objectif principal de ce chapitre est l'optimisation de la sensibilité des micropoutres vis-à-vis des variations de la masse volumique du gaz, en prenant en considération l'effet de la géométrie et des dimensions de la structure, les considérations électromécaniques ainsi que la fréquence de résonance.

### 3.3 Dimensionnement des micropoutres

#### 3.3.1 Sensibilité de la micropoutre à la masse volumique du gaz

La sensibilité d'un capteur est définie comme étant le rapport entre la variation du signal de sortie (mesure) et la variation du mesurande correspondant. Dans notre cas, le signal est la fréquence de résonance (assimilée à la fréquence propre compte tenu des valeurs élevées des facteurs de qualité) et le mesurande est la masse volumique du gaz. On définit donc la sensibilité absolue  $S_a$  du capteur par :

$$S_a = \frac{\Delta f_0}{\Delta \rho_g} \quad (3.1)$$

Où  $\Delta f_0$  est la variation de la fréquence propre et  $\Delta \rho_g$  est la variation de la masse volumique du gaz.

Une autre définition de la sensibilité est souvent utilisée pour comparer les résonateurs ayant des fréquences de résonance très différentes. Il s'agit de la sensibilité relative,  $S_r$ , qui est définie comme étant le rapport entre la variation relative de la fréquence de résonance (ou propre) et la variation du mesurande :

$$S_r = \frac{\Delta f_0}{f_0 \Delta \rho_g} \quad (3.2)$$

Dans notre étude, les fréquences de résonance des micropoutres ont toutes le même ordre de grandeur, c'est donc la sensibilité absolue (Eq.3.1) qui est utilisée pour comparer les micropoutres entre elles.

La résolution de l'équation différentielle de la micropoutre dans un milieu fluide a donné l'Eq.1.37. Dans le cas d'une poutre large en milieu gazeux ( $b \gg \delta$ ), l'effet de la viscosité du gaz devient négligeable devant l'effet de la masse volumique. L'expression de la variation relative de la fréquence propre devient alors :

$$\frac{df_0}{f_0} = -\frac{\pi}{8} \frac{a_0}{\rho} \frac{b}{h} d\rho_g \quad (3.3)$$

A partir de cette équation on déduit :

$$S_a = \frac{\Delta f_0}{\Delta \rho_g} = -a_0 \frac{\pi}{8\rho} \frac{b}{h} f_0 \quad (3.4)$$

La fréquence propre  $f_0$  correspond à la fréquence propre en présence du gaz (avec l'influence du fluide sur la poutre), mais cette fréquence peut ici être assimilée à la fréquence propre dans le vide. Dans ce cas, en remplaçant le terme  $f_0$  de l'Eq.3.4 par l'expression de la fréquence propre dans le vide (Eq.1.4) on obtient :

$$S_a = -\frac{a_0}{\rho} \frac{b}{L^2} \frac{\lambda_n^2}{16} \sqrt{\frac{E}{12\rho}} \quad (3.5)$$



A travers cette expression, on remarque que la sensibilité de la micropoutre aux variations de la masse volumique est proportionnelle au rapport géométrique  $b/L^2$ , au carré de la constante du mode de résonance ainsi qu'au rapport  $\sqrt{E/\rho}$ .

### 3.3.2 Choix de la méthode d'actionnement et de détection

Les rapports d'aspect des poutres qui ont été fabriquées couvrent de larges gammes ( $1 \leq L/b \leq 5$  et  $10 \leq b/h \leq 400$ ) et certaines structures peuvent avoir des rigidités élevées, ce qui rend difficile leur mise en vibration avec des amplitudes suffisantes pour être mesurées électriquement. Le mode d'actionnement pouvant générer des forces suffisamment élevées pour actionner de telles structures, sans pour autant faire appel à une puissance électrique importante est l'actionnement électromagnétique. Hormis le fait que ce mode nécessite des aimants qui peuvent parfois être assez volumineux, sa mise en œuvre ne nécessite qu'une piste conductrice sur la micropoutre (simplicité de fabrication). Il existe des aimants en néodyme commerciaux générant des champs magnétiques très intenses et ayant une force d'adhésion de quelques dizaines de kilogrammes pour des poids de quelques dizaines à quelques centaines de gramme [WEB1].

Les détections piézorésistives et capacitives sont les techniques de mesure de mouvement les plus utilisées dans les MEMS commerciaux. Pour les applications capteurs environnementaux, la détection piézorésistive est souvent privilégiée car elle ne nécessite aucun packaging (encapsulation) particulier, contrairement à la mesure capacitive pouvant enregistrer des dérives de mesure causées par des particules (poussière, matière organique, *etc.*) qui modifient le gap et la permittivité de la capacité. Toutefois, les piézorésistances souffrent d'un coefficient de température et d'un bruit thermique relativement élevés. Le premier inconvénient peut être pallié en utilisant des configurations en pont ou en demi-pont de Wheatstone et le second peut être considérablement réduit en optimisant la puissance de la polarisation des piézorésistances (partie 1.4.5.1).

Etant donné que les critères importants pour l'application de l'Andra (détection de l'hydrogène dans un milieu radioactif) sont la fiabilité et la sensibilité, la miniaturisation du capteur n'est pas une priorité. Par conséquent, les systèmes d'actionnement et de détection retenus pour ce premier lot de fabrication de micropoutres sont l'actionnement électromagnétique et la détection piézorésistive. Ce choix est aussi motivé par la maîtrise de ces deux modes d'actionnement et de détection par notre équipe de recherche, ce qui réduit considérablement le risque de dysfonctionnement.

### 3.3.3 Choix des géométries

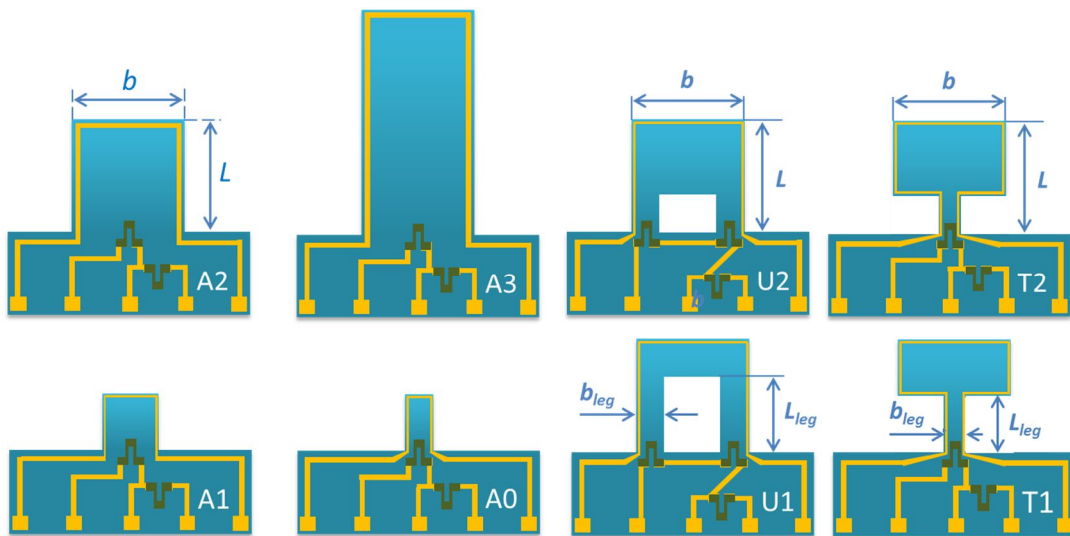
Le modèle (Eq.3.5) prévoit que les structures larges et courtes sont plus sensibles à la masse volumique du gaz. Cependant, l'équation (3.5) n'est valable que lorsque les dimensions de la poutre respectent les conditions d'Euler-Bernoulli [SAD98]. L'étude de l'influence de la géométrie sur la sensibilité absolue ne se limite pas aux poutres respectant les conditions d'Euler-Bernoulli, d'autres géométries en forme (surface de dessus) de T, de U ainsi que des poutres parallélépipédiques (surfaces rectangulaires) larges sont également à dimensionner afin d'étudier leurs performances.

Le dimensionnement des structures doit permettre de comparer la sensibilité des structures ayant soit la même longueur mais avec des largeurs différentes (poutres A1 et A0, Fig.3.1), soit la même largeur mais avec des longueurs différentes (poutres A2 et A3, Fig.3.1), ou alors de comparer une structure de référence avec des structures dérivées de formes complexes (A2, U2, U1, T2 et T1,

Fig.3.1). L'influence de l'épaisseur est aussi un paramètre important à étudier même s'il n'apparaît pas dans l'expression de la sensibilité (Eq.3.5). En effet, l'épaisseur a bien évidemment une influence directe sur la rigidité et la masse de la microstructure et également sur le facteur de qualité qui sont des paramètres clés dans les résonateurs. Les critères de dimensionnement tiennent donc compte des points suivants :

- (1) La longueur et la largeur des structures sont respectivement comprises entre  $500\mu\text{m}$  et  $2000\mu\text{m}$  et  $100\mu\text{m}$  et  $2000\mu\text{m}$ . Ce choix permet de limiter les fréquences de résonances du premier mode en flexion hors-plan à quelques kilohertz.
- (2) Certaines micropoutres doivent satisfaire les conditions d'Euler-Bernoulli afin de vérifier sa validité dans notre cas d'étude.
- (3) Les structures complexes (forme en U et en T) auront des dimensions 'externes' identiques aux micropoutres parallélépipédiques (rectangulaires) afin d'étudier l'influence de la géométrie.
- (4) Au moins deux épaisseurs sont nécessaires pour étudier leur influence sur le comportement des micropoutres. Compte tenu des choix de dimensionnement et de disponibilité de wafers SOI<sup>2</sup> au LAAS<sup>3</sup>, les épaisseurs  $5\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$  ont été choisies.

Les dimensions choisies pour les structures ainsi que les géométries ayant été dimensionnées sont détaillées dans l'annexe A. Dans ce chapitre, seules les structures ayant été choisies pour l'étude de l'influence de la géométrie et des dimensions sur la sensibilité sont évoquées. Les références, appellations simplifiées et dimensions des structures sont représentées sur le Tab.3.1 et la Fig.3.1.



**Figure 3.1** : Vue de dessus des structures étudiées dans ce chapitre.  $L$  est la longueur,  $b$  est la largeur,  $L_{leg}$  est la longueur du pied et  $b_{leg}$  est la largeur du pied.

<sup>2</sup> Silicon On Insulator

<sup>3</sup> Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes : <https://www.laas.fr>

**Tableau 3.1 :** Dimensions et surfaces des micropoutres présentées sur la *Fig.3.1*. Les appellations des micropoutres correspondent à leurs références que l'on peut trouver dans l'annexe A. Les extensions  $_{5\mu m}$  et  $_{10\mu m}$  des appellations correspondent à l'épaisseur ' $h$ ' des micropoutres.

Specimens		[mm]		[μm]			[mm²]
Référence	Appellation	$L$	$b$	$h$	$L_{Leg}$	$b_{Leg}$	Surface
2 U MW 666-250	U1_5μ	1	1	5	666	250	0.670
2 U MW 333-250	U2_5μ	1	1	5	333	250	0.830
2 T MW 500-200	T1_5μ	1	1	5	500	200	0.600
2 T MW 250-200	T2_5μ	1	1	5	250	200	0.800
2 A SM	A0_5μ	0.5	0.25	5	-	-	0.125
2 A SW	A1_5μ	0.5	0.5	5	-	-	0.250
2 A MW	A2_5μ	1	1	5	-	-	1.000
2 A MW	A2_10μ	1	1	10	-	-	1.000
2 A LM	A3_5μ	2	1	5	-	-	2.000

### 3.3.4 Emplacement des piézorésistances

Les piézorésistances sont des capteurs de contraintes mécaniques. Par conséquent, pour de meilleurs rapports signal sur bruit, ces capteurs sont placés là où les contraintes mécaniques sont maximales [CHI06]. Dans le cas des microleviers, les contraintes mécaniques sont maximales à l'encastrement mais pas de manière uniforme. Afin de connaître la distribution des contraintes au niveau de l'encastrement, une simulation par éléments finis est généralement nécessaire [YAN07, GOE08].

L'optimisation des performances (sensibilité et rapport signal sur bruit) d'une détection piézorésistive sur une micropoutre en silicium passe d'abord par l'optimisation de la géométrie et du procédé de fabrication de la piézorésistance en choisissant : (1) la bonne taille pour limiter son bruit [YU02] et de manière à ce qu'elle subisse des contraintes mécaniques maximales et quasi-uniformes [GOE08], (2) la forme adaptée (forme en U en général) et enfin (3) le dopant (bore en général) et sa concentration permettant d'avoir un meilleur facteur de jauge [PAR10]. Par ailleurs, la géométrie du microlevier peut aussi être modifiée afin de concentrer les contraintes mécaniques au niveau de la piézorésistance et donc d'augmenter la sensibilité de la piézorésistance [MUT09]. C'est par exemple le cas des géométries en U ou en T de la *Fig.3.1*, pour lesquelles la distribution des contraintes mécaniques aux encastresments est plus grande que celle de la poutre A2 [TIM40].

D'un point de vue conception, la règle générale est que les dimensions des piézorésistances doivent impérativement être adaptées à la région où les contraintes sont maximales. Dans notre cas, c'est ce critère qui a été adopté et un seul gabarit de piézorésistance (taille standard) équipe toutes les micropoutres ayant des circuits d'actionnement (piste conductrice) et de détection (demi-pont piézorésistif) séparés. Ce choix permet d'avoir des valeurs de résistances quasiment égales, mais aussi d'assurer une certaine reproductibilité des performances intrinsèques, ce qui permettra d'éventuelles optimisations futures. Les dimensions des piézorésistances ont aussi été choisies pour avoir des résistances d'environ  $2k\Omega$  pour une résistivité d'environ  $3.10^{-3}\Omega.cm$  et une profondeur de 180nm à 200nm (valeurs données par le LAAS). Seules les dimensions des piézorésistances aux encastresments de la géométrie en U (*Fig.3.1*) font l'exception et ne correspondent pas à la taille standard, car ces deux

piézorésistances sont dimensionnées de manière à avoir une résistance de  $1k\Omega$  chacune (les deux piézorésistances étant en série).

### 3.4 Fabrication des micropoutres

Une fois les dessins des masques faits, la fabrication des structures a été confiée au laboratoire *LAAS* de Toulouse qui dispose d'une salle blanche équipée pour la fabrication de MEMS en silicium. Les substrats de silicium utilisés sont des wafer SOI (silicon on insulator) de type N avec une orientation cristalline  $\langle 100 \rangle$ , d'un diamètre de 100mm et avec une épaisseur enterrée de  $\text{SiO}_2$  de  $1\mu\text{m}$  et dessus une couche de silicium de  $5\mu\text{m}$  ou  $10\mu\text{m}$  (résistivité de  $4\text{-}6\ \Omega\cdot\text{cm}$ ). L'utilisation de wafers SOI permet de garantir l'obtention de microstructures d'épaisseurs identiques sur tout le wafer.

Les principales étapes de fabrication, qui nécessitent 6 niveaux de masques (voir Annexe B), sont détaillées dans ce qui suit :

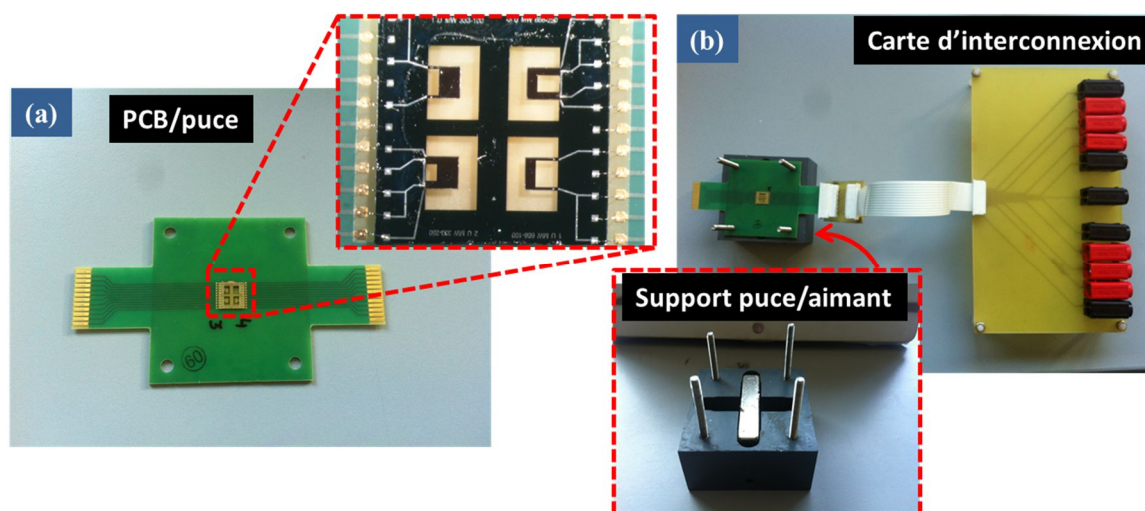
- La première étape consiste à créer les piézorésistances dans la couche de silicium. Afin d'optimiser leur sensibilité, la longueur des piézorésistances est dirigée sur l'axe cristallin  $\langle 110 \rangle$  pour lequel le coefficient piézorésistif est maximal pour un dopage de type p (dopage au bore). Ceci fixe également l'orientation des micropoutres suivant cet axe. Le procédé de fabrication s'appuie sur l'implantation de germanium (Ge) et de bifluorure de bore ( $\text{BF}_3$ ) afin d'obtenir des piézorésistances ultraminesces [BER02] et donc d'augmenter leur sensibilité aux contraintes mécaniques longitudinales qui sont maximales en surface des structures. Pour cette implantation, après avoir nettoyé le substrat à l'aide d'un bain Piranha (mélange  $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:H}_2\text{O}_2$ ), une couche de masquage de dioxyde de silicium de 300nm d'épaisseur est déposée thermiquement et structurée par photolithographie (à l'aide de la résine ECI  $1\mu\text{m}$ ) puis par gravure humide (bain BHF). L'implantation de germanium qui sert à la pré-amorphisation du substrat de silicium, est réalisée avec une énergie de 60keV et une dose de  $5\cdot 10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup> à travers une couche de 6nm de dioxyde de silicium (cette couche permet ensuite d'obtenir de très fines zones dopées par implantation de bore). Le bifluorure de bore est ensuite implanté avec une énergie de 15keV et une dose de  $10^{16}$  ions/cm<sup>2</sup>. Grâce à la masse plus élevée des molécules de bifluorure de bore par rapport aux molécules de bore, l'utilisation du bifluorure de bore permet une diminution de l'épaisseur de la zone dopée. L'implantation est suivie d'un recuit thermique à 1000°C pendant 15 secondes pour minimiser la diffusion du bore durant la recristallisation de la couche amorphe et pour l'activation électrique. Cette étape est ensuite suivie de l'étape de recuit conventionnel à 850°C pendant 20 minutes.
- La seconde étape consiste à déposer par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD : Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition) 200nm de dioxyde de silicium sur l'ensemble du wafer, après avoir enlevé la couche d'oxyde de masquage utilisée lors de l'étape d'implantation. Cet oxyde qui est structuré par photolithographie (résine ECI  $1\mu\text{m}$ ) suivie d'une attaque humide (afin de prendre les contacts sur les piézorésistances) permet d'éviter les court-circuits entre les piézorésistances et la couche d'aluminium servant à l'actionnement électromagnétique.
- Ensuite les différentes pistes conductrices sont formées en déposant une couche d'aluminium de 500nm d'épaisseur par lift-off à l'aide d'une résine photosensible négative (AZ nLOF  $5\mu\text{m}$ ). Un recuit de cette couche est ensuite effectué à 450°C pendant 20min sous  $\text{N}_2\text{H}_2$ .

- Pour terminer, la forme des micropoutres est définie par une gravure réactive ionique (RIE : Reactive Ion Etching) de la face avant (en commençant par graver l'oxyde en surface et puis la couche de silicium en protégeant le wafer avec de la résine AZ 40XT 13 $\mu$ m) puis par une gravure réactive ionique profonde (DRIE : Deep Reactive Ion Etching) de la face arrière (en utilisant un masque de résine AZ 40XT 40 $\mu$ m). La couche enterrée de 1 $\mu$ m d'oxyde de silicium qui sert de couche d'arrêt pour les gravures du silicium est enlevée par gravure réactive ionique en fin de procédé afin de libérer complètement les structures. Le masque de résine est enfin enlevé par gravure ionique réactive également.

### 3.5 Etude expérimentale de la sensibilité

#### 3.5.1 Mise en œuvre

Le but des mesures faites dans ce chapitre est d'étudier l'influence de la géométrie et des dimensions des micropoutres sur la sensibilité aux variations de la masse volumique du gaz. Afin de faire varier la masse volumique du gaz, plusieurs concentrations (de 2 à 0.2%) d'hydrogène ( $H_2$ ) dans de l'azote ( $N_2$ ) ont été générées en suivant le même protocole que celui présenté dans la partie 2.6.1. La seule différence est que les mesures de spectre ont été effectuées avec un analyseur gain/phase *HP4194A* ayant seulement un maximum de 400 points de mesure ( $NPM = 400$ ) au lieu des 1600 de l'*Agilent E5061B*. Pour améliorer la qualité des mesures de spectres en utilisant cet appareil, ce dernier est configuré de la façon suivante : temps d'intégration = court, moyennage = 8 bits. Les micropoutres fabriquées sont regroupées par quatre dans des puces. Ces puces sont collées sur un circuit imprimé (PCB : Printed Circuit Board) puis câblées à ce dernier par des fils d'aluminium comme le montre la *Fig.3.2.a*. D'autre part, une carte d'interconnexion a été conçue et réalisée afin de permettre une connexion entre les circuits que contient une puce et les différents appareils de mesure ou l'électronique de conditionnement, comme on peut le voir sur la *Fig.3.2.b*.



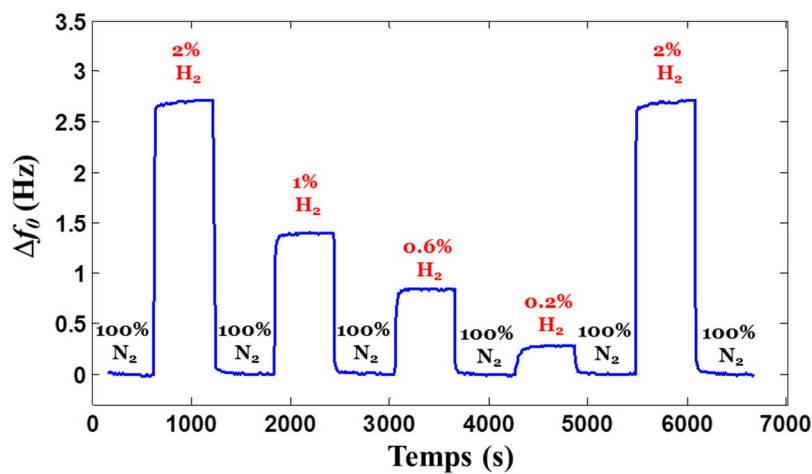
**Figure 3.2 :** (a) Puce contenant les quatre micropoutres collée sur le circuit imprimé (PCB : Printed Circuit Board) puis connectée à celui-ci par des fils en aluminium. (b) Carte d'interconnexion permettant de connecter les appareils de mesure aux différents circuits des micropoutres.

Les tests des micropoutres dans le milieu gazeux ( $H_2-N_2$ ) se sont déroulés en conditions de température et de pression quasi-constantes ( $T \approx 23^\circ C$  et  $P \approx 1 \text{ atm}$ ) avec un taux d'humidité nul. Les

acquisitions des spectres du module et de la phase du gain ont été réalisées pour les premiers modes de flexion hors-plan, afin de suivre le comportement des micropoutres (présentées dans la *Fig.3.1* et le *Tab.3.1*) en présence des différentes concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$ . Le suivi des variations de la fréquence propre est réalisé par la méthode  $\Delta f_0$  (partie 2.5.2) en raison de son bon rapport signal sur bruit et de sa simplicité de mise en œuvre.

La première étape de cette étude consiste à déterminer l'influence de la géométrie (formes rectangulaires, en U ou en T) en comparant la sensibilité des structures A2\_5 $\mu$ , T1\_5 $\mu$ , T2\_5 $\mu$ , U1\_5 $\mu$  et U2\_5 $\mu$  ayant toutes la même longueur totale ( $L$ ), la même largeur totale ( $b$ ) et la même épaisseur ( $h = 5 \mu m$ ). La deuxième étape a pour but d'étudier l'influence des dimensions ( $L$ ,  $b$  et  $h$ ) sur la sensibilité de la meilleure géométrie (forme) retenue à l'issue de la première étape. Un exemple de mesure effectuée pour chaque microstructure du *Tab.3.1* est présenté sur la *Fig.3.3*. Par ailleurs, d'autres caractéristiques des différents capteurs étudiés ainsi que certaines de leurs performances ont également été déterminées en utilisant les spectres et les courbes de détection d'hydrogène :

- Le bruit du capteur (*Bruit*) est estimé par le calcul de l'écart-type sur la fréquence propre stabilisée ( $\Delta f_0 \approx 0$ ).
- Le rapport signal sur bruit (*RSB*) et la variation de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ) sont calculés à 1% de  $H_2$  dans  $N_2$ .
- La limite de détection (*LDD*) correspond à un rapport signal sur bruit égal à 3.
- La sensibilité absolue (*Eq.3.1*) est la pente de la droite de régression des mesures (variation de la fréquence propre tracée en fonction de la masse volumique du gaz).



**Figure 3.3 :** Exemple d'une courbe de détection obtenue en utilisant la poutre A2\_5 $\mu m$  avec les différentes concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$  et avec un débit de 100ml/min en conditions atmosphériques ( $T \approx 23^\circ C$ ,  $P \approx 1atm$ ).

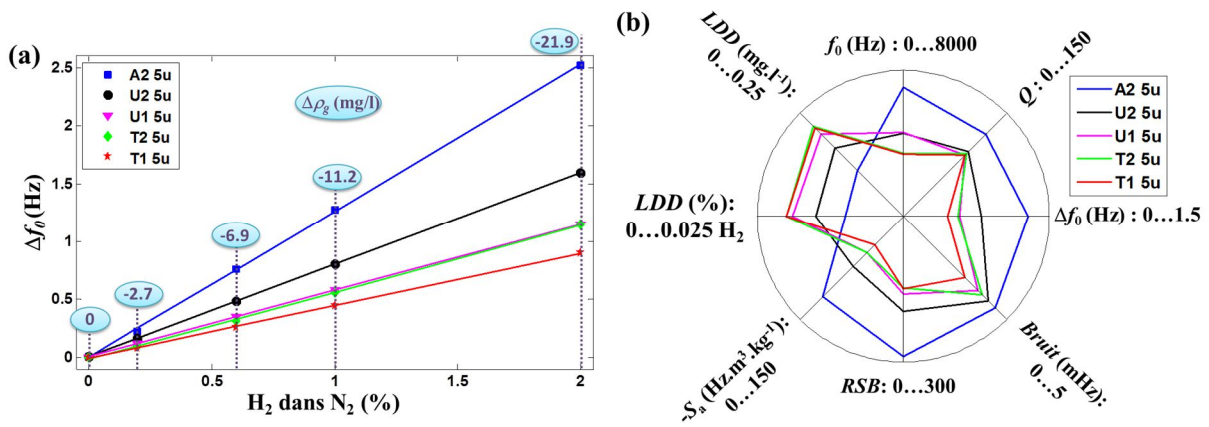
### 3.5.2 Influence de la géométrie

Cette première expérience consiste à étudier l'influence de la géométrie sur la sensibilité des micropoutres aux variations de la masse volumique du gaz. Pour cela, la comparaison de la sensibilité des structures A2\_5 $\mu$ , U1\_5 $\mu$ , U2\_5 $\mu$ , T1\_5 $\mu$  et T2\_5 $\mu$  ayant la même longueur totale ( $L$ ), la même largeur totale ( $b$ ) et la même épaisseur ( $h$ ) a été effectuée. La *Fig.3.4.a* montre les mesures (marqueurs) et les droites de régression des variations de la fréquence propre du premier mode de flexion hors-plan en fonction de la concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  et de la variation de la masse volumique du mélange  $H_2$ -



N<sub>2</sub>. On remarque que la structure A2\_5μ présente la meilleure sensibilité (pente) parmi toutes les autres structures étudiées. Les performances des différentes structures sont présentées dans la Fig.3.4.b ainsi que dans le Tab.3.2.

Ces résultats préliminaires nous permettent de conclure que pour les structures ayant la même longueur totale, la même largeur totale et la même épaisseur, la structure ayant le plus de surface de contact avec le gaz (Tab.3.1) a la meilleure sensibilité vis-à-vis des variations de la masse volumique. Il s'agit bien évidemment d'une conclusion simpliste, car les structures ayant plus de surface de contact tout en gardant les mêmes paramètres dimensionnels ( $L$ ,  $b$  et  $h$ ) ont aussi les plus grandes fréquences de résonance (plus grandes rigidités). D'après cette première expérience, on peut conclure que la forme rectangulaire (A2\_5μm) est la meilleure géométrie en termes de sensibilité pour les applications de mesure de la masse volumique de gaz. On remarque que la structure A2\_5μ présente aussi le meilleur facteur de qualité ( $Q$ ) et le meilleur  $RSB$  et donc la meilleure  $LDD$  (100ppm ou 0.11mg/l).



**Figure 3.4 :** Influence de la géométrie des micropoutres sur leur sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du gaz. (a) Variation de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ) en fonction de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> et donc de la variation de la masse volumique ( $\Delta \rho_g$ ) du mélange H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>. (b) Diagramme des performances des structures : fréquence propre ( $f_0$ ), facteur de qualité ( $Q$ ), signal ( $\Delta f_0$ ) à 1% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>, bruit ( $Bruit$ ), rapport signal sur bruit ( $RSB$ ), sensibilité absolue ( $S_a$ ), limites de détection en concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> ( $LDD$  (%)) et en variation de la masse volumique du gaz ( $LDD$  (mg.l<sup>-1</sup>)).

**Tableau 3.2 :** Performances des structures A2, U2, U1, T2 et T1 d'épaisseur 5μm.

Spécimens	$f_0$ (Hz)	$Q$	$\Delta f_0$ (Hz)	$Bruit$ (mHz)	$RSB$	$-S_a$ (Hz.kg <sup>-1</sup> .m <sup>3</sup> )	$LDD$ (%)	$LDD$ (mg.l <sup>-1</sup> )
A2_5μ	7082	120	1.28	4.43	289	117	0.01	0.11
U2_5μ	4580	94	0.80	4.1	195	73	0.015	0.16
U1_5μ	4624	90	0.58	3.6	161	53	0.019	0.20
T2_5μ	3480	92	0.56	3.80	147	53	0.02	0.22
T1_5μ	3431	90	0.45	3	150	42	0.02	0.21

### 3.5.3 Influence des dimensions

L'expérience précédente a montré que pour les mêmes dimensions globales ( $L$ ,  $b$  et  $h$ ), la géométrie rectangulaire est la plus sensible aux variations de la masse volumique du gaz parmi toutes les géométries testées (forme U et T). Dans cette partie, une étude de l'influence des paramètres

dimensionnels  $L$ ,  $b$  et  $h$  sur la sensibilité des poutres rectangulaires vis-à-vis de la masse volumique est effectuée.

### 3.5.3.1 Influence de l'épaisseur

Les structures A2\_5 $\mu$ m et A2\_10 $\mu$ m ont les mêmes longueurs et largeurs ( $L$  et  $b$ ) avec des épaisseurs respectives de 5 $\mu$ m et 10 $\mu$ m. Les courbes de détection relatives aux deux structures sont présentées dans les *Figs.3.5.a*. On y remarque que l'épaisseur n'a pas d'influence sur la sensibilité (triangles rouges et losanges verts). Le fait que l'épaisseur n'ait pas d'influence sur la sensibilité est en concordance avec *Eq.3.1*. De plus, doubler l'épaisseur multiplie par deux le facteur de qualité comme on peut le constater dans *Tab.3.3*.

### 3.5.3.2 Influence de la longueur et de la largeur

En gardant à l'esprit que le but principal dans ce chapitre est l'identification de la structure la plus sensible aux variations de la masse volumique du gaz, cette partie a trois objectifs :

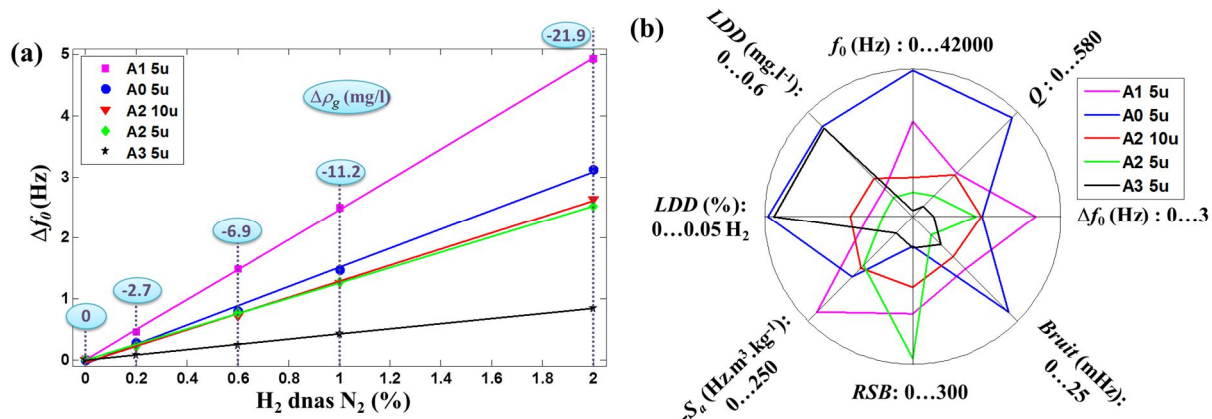
- Comparaison de la sensibilité des géométries A2\_5 $\mu$  et A3\_5 $\mu$  ayant la même largeur, la même épaisseur, mais la structure A3\_5 $\mu$  est deux fois plus longue que la structure A2\_5 $\mu$ .
- Comparaison de la sensibilité des géométries A1\_5 $\mu$  et A0\_5 $\mu$  ayant la même longueur, la même épaisseur, mais la structure A1\_5 $\mu$  est deux fois plus large que la structure A0\_5 $\mu$ .
- Comparaison des deux structures rectangulaires et carrées A1\_5 $\mu$  et A2\_5 $\mu$  ayant la même épaisseur, mais la seconde structure a une longueur et une largeur deux fois plus grandes que la première.

Les dimensions de ces structures sont reportées dans le *Tab.3.1*. Leurs réponses aux différentes concentrations de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> ainsi leurs performances sont présentées sur la *Fig.3.5*. En suivant dans l'ordre les trois comparaisons mentionnées dans le paragraphe précédent, les résultats expérimentaux montrent que :

- Pour une largeur fixe, les poutres courtes sont plus sensibles.
- Pour une longueur fixe, les structures larges sont plus sensibles.
- Quand la largeur et la longueur sont divisées par deux, la sensibilité de la structure est quasiment multipliée par deux.

Ces trois points confirment l'effet d'échelle indiqué par *Eq.3.5* qui montre que la sensibilité absolue est proportionnelle au rapport largeur sur le carré de la longueur ( $b/L^2$ ).





**Figure 3.5 :** Influence des dimensions  $L$ ,  $b$  et  $h$  sur la sensibilité de la géométrie rectangulaire vis-à-vis de la masse volumique du gaz. (a) Variation de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ) en fonction de la concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  et donc de la variation de la masse volumique ( $\Delta \rho_g$ ) du mélange  $H_2$ - $N_2$ . (b) Diagramme des performances des structures : fréquence propre ( $f_0$ ), facteur de qualité ( $Q$ ), signal ( $\Delta f_0$ ) à 1% de  $H_2$  dans  $N_2$ , bruit ( $Bruit$ ), rapport signal sur bruit ( $RSB$ ), sensibilité absolue ( $S_a$ ), limites de détection en concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  ( $LDD$  (%)) et en variation de la masse volumique du gaz ( $LDD$  (mg.l<sup>-1</sup>)).

**Tableau 3.3 :** Performances des structures A0, A1, A2 et A3 d'épaisseur 5μm ainsi que la structure A2 d'épaisseur 10μm.

Spécimens	$f_0$ (Hz)	$Q$	$\Delta f_0$ (Hz)	$Bruit$ (mHz)	$RSB$	$-S_a$ (Hz.mg <sup>-1</sup> .kg <sup>-1</sup> )	$LDD$ (%)	$LDD$ (mg.l <sup>-1</sup> )
A0_5μ	41700	570	1.40	22.83	61	145	0.049	0.52
A1_5μ	27099	250	2.50	12.60	198	228	0.015	0.16
A2_5μ	7082	120	1.28	4.43	289	117	0.010	0.11
A2_10μ	11260	240	1.38	9.55	145	123	0.021	0.22
A3_5μ	1760	60	0.43	6.77	64	39	0.047	0.51

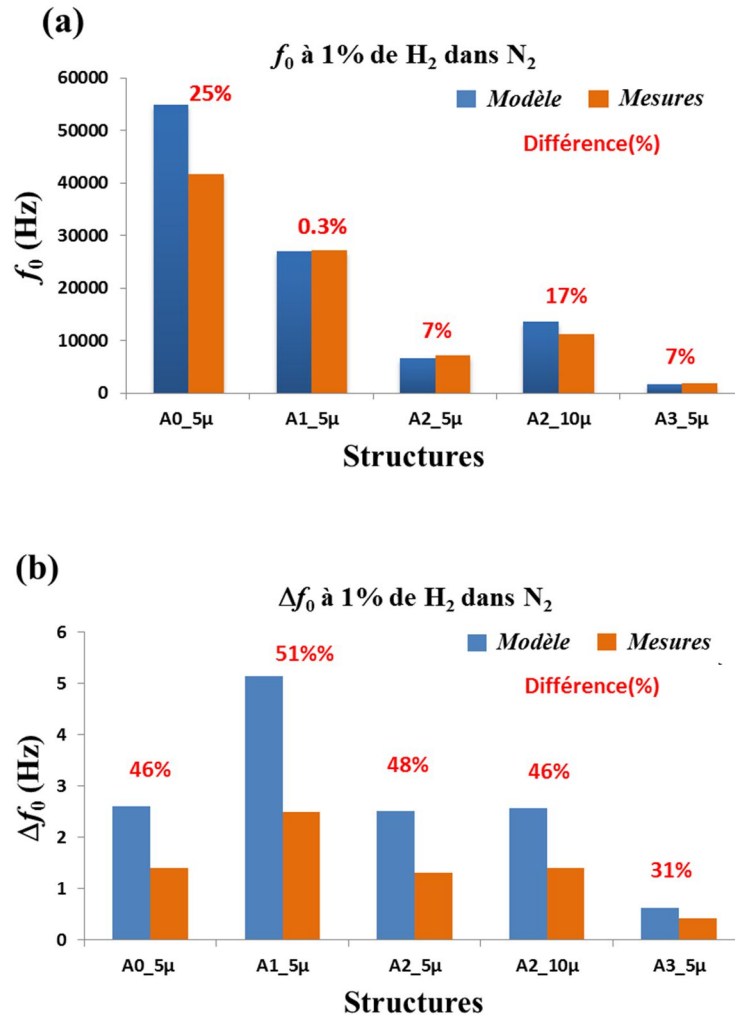
On constate que toutes les structures (partie 3.5) détectent 0.2% de  $H_2$  dans  $N_2$  correspondant à une variation de la masse volumique de 2.7mg/l. De plus, une limite de détection ( $LDD$ ) de 0.01% (100ppm) de  $H_2$  dans  $N_2$  correspondant à une variation de la masse volumique de 0.11mg/l est annoncée pour la structure A2\_5μm, ce qui est 800 fois plus petit que ce qui est annoncé par Rosario *et al.* [ROS14]. Cette limite de détection peut être considérablement améliorée en optimisant la force d'actionnement et les tensions de polarisation, comme cela sera montré dans la partie 3.6.1.

### 3.5.4 Confrontation entre les mesures et le modèle

Dans la littérature, il n'existe pas de modèle permettant une prévision fiable de la variation de la fréquence de résonance causée par un changement de la masse volumique d'un fluide dans le cas des géométries complexes telles que les géométries en U ou en T. Le seul modèle existant concerne les poutres parallélépipédiques (rectangulaires) respectant les conditions d'Euler-Bernoulli listées dans la partie 1.4.2.1 Par conséquent, seulement les micropoutres rectangulaires sont considérées dans cette partie même si leurs dimensions ne respectent pas les conditions de validité.

La Fig.3.6.a montre la comparaison entre le modèle (Eq.3.4) et les mesures de la fréquence propre ( $f_0$ ) ainsi que de la variation de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ) à 1% de  $H_2$  dans  $N_2$  pour les structures  $Ai\_5\mu$  ( $i = 0-3$ ). On observe sur cette figure que l'estimation de la fréquence propre par le modèle est satisfaisante à l'exception du cas de la structure  $A0\_5\mu$  ayant une erreur relative de 25%. Cette déviation est très probablement liée aux défauts de gravure [FAD11] qui ont substantiellement affecté la longueur de la poutre (réduction). Ceci peut se justifier par le fait que la structure  $A3\_5\mu$ , ayant exactement la même forme ( $L = 2b$ ) que la structure  $A0\_5\mu$  mais avec une taille 4 fois supérieure, présente une bonne correspondance entre la mesure et le modèle.

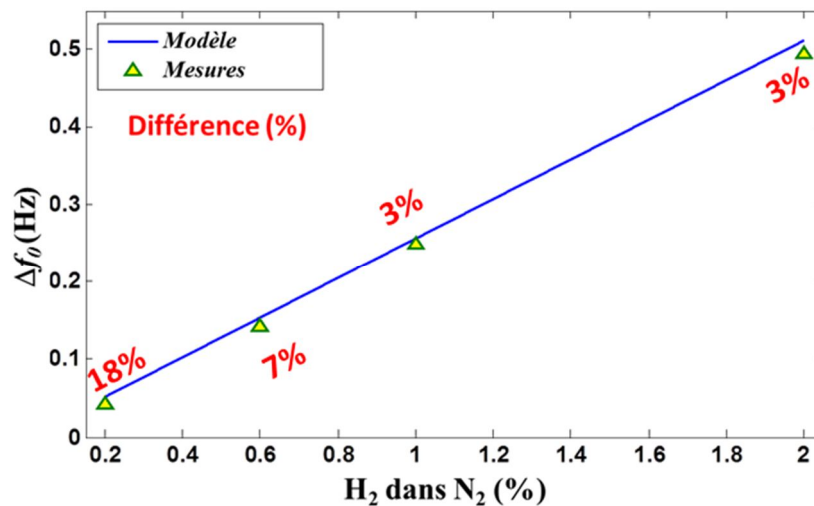
On remarque aussi sur la Fig.3.6.b que la déviation entre le modèle et les mesures concernant la variation de la fréquence propre à 1% de  $H_2$  dans  $N_2$  est de l'ordre de 50% pour toutes les structures à l'exception de la poutre  $A3\_5\mu$ . Cette différence peut s'expliquer par le fait que les dimensions de ces microleviers ne respectent pas les conditions d'Euler-Bernoulli sur lesquelles repose le modèle de l'interaction fluide-structure proposé par Sader *et al.* [SAD98]. La structure  $A3\_5\mu$  est deux fois plus longue que large ( $L = 2b$ ) et présente la plus petite déviation (31%) du fait que le modèle est prévu pour les poutres longues. La structure  $A0\_5\mu$  présente une large déviation (46%) par rapport à la structure  $A3\_5\mu$  pour les mêmes raisons que celles mentionnées dans le paragraphe précédent.



**Figure 3.6 :** Comparaison entre le modèle et les mesures à 1% de  $H_2$  dans  $N_2$ . (a) Fréquence propre ( $f_0$ ). (b) Variation de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ).

Afin de vérifier l'effet de la géométrie sur la précision de la modélisation, une autre mesure est réalisée dans les mêmes conditions atmosphériques ( $T \approx 23^\circ\text{C}$  et  $P \approx 1\text{atm}$ ) et avec les mêmes séquences de gaz ( $\text{H}_2\text{-N}_2$ : 0.2%-2%, débit = 100ml/min) en utilisant une autre micropoutre ( $L \times b \times h = 2000 \times 400 \times 5\mu\text{m}^3$ ) ayant une longueur 5 fois plus grande que sa largeur.

Les variations de la fréquence propre issues de cette expérience sont présentées sur la Fig.3.7 dans laquelle on peut constater que la déviation entre le modèle et la mesure à 1% de  $\text{H}_2$  dans  $\text{N}_2$  est de 3%. Ce résultat confirme que les conditions d'Euler-Bernoulli doivent être respectées pour avoir une bonne estimation de la variation de la fréquence propre, due à une variation de la masse volumique du gaz, en utilisant le modèle de Sader [SAD98] (ou tout autre modèle basé sur la théorie des poutres). On remarque aussi que l'erreur d'estimation augmente pour les basses concentrations (0.6% et 0.2% sur la Fig.3.7). La raison est liée au fait que la bande de fréquence de mesure (BFM), utilisée pour la mesure des spectres du module et de la phase, est relativement large ( $\text{BFM} = 20\text{Hz}$ ) par rapport au nombre de points de mesure qu'offre l'analyseur gain/phase HP4194A ( $\text{NPM} = 400\text{points}$ ), ce qui a sensiblement réduit la précision de la mesure des très faibles variations de la fréquence propre (méthode  $\Delta f_{0P}$ , partie 2.6.3).



**Figure 3.7 :** Mesure de la concentration de  $\text{H}_2$  dans  $\text{N}_2$  (0.2%-2%) avec un débit de gaz de 100ml/min en utilisant une micropoutre rectangulaire ( $L \times b \times h = 2000 \times 400 \times 5\mu\text{m}^3$ ). Les marqueurs triangulaires correspondent aux mesures, la courbe bleue en ligne continue représente la prévision du modèle (Eq.3.4) et les valeurs numériques en % correspondant à l'erreur (déviante) relative entre les mesures et le modèle.

### 3.5.5 Conclusion

Nous avons montré que la géométrie rectangulaire (parallélépipédique) est plus appropriée à la mesure de la masse volumique du gaz que les géométries en forme de T ou de U. De plus, les poutres larges et courtes sont plus sensibles à la variation de la masse volumique et cette sensibilité est proportionnelle au rapport largeur sur le carré de la longueur ( $b/L^2$ ). Par ailleurs, l'épaisseur n'a pas d'influence sur la sensibilité des poutres rectangulaire malgré le fait que la fréquence de résonance en dépende. Cependant, comme le bruit dans les micropoutres dépend aussi du facteur de qualité de la structure, une étude du bruit en fonction de l'épaisseur pour des dimensions (longueur et largeur) particulières d'une poutre doit être effectuée. Le modèle de l'interaction gaz-structure, utilisant le modèle de poutre Euler-Bernoulli combiné avec l'équation de la force hydrodynamique [SAD98,

MAA05], permet de prévoir la variation de la fréquence propre causée par une variation de la masse volumique du gaz. Cette modélisation permet d'atteindre de très bonnes précisions lorsque la poutre rectangulaire est beaucoup plus longue que large ( $L \geq 5b$  dans notre cas de test).

La fréquence de résonance joue un rôle crucial dans la détermination de la sensibilité des micropoutres envers l'effet de masse. Plus la fréquence de résonance est grande, meilleure est la sensibilité à l'effet de masse. Toutefois, ce paramètre n'a pas une influence inconditionnelle sur la sensibilité aux variations de la masse volumique d'une micropoutre rectangulaire. En effet, la fréquence de résonance (ou fréquence propre) dépend du rapport géométrique épaisseur sur le carré de la longueur (Eq.1.4) tandis que la sensibilité aux variations de la masse volumique dépend du rapport largeur sur le carré de la longueur (Eq.3.5). Par conséquent, plus la longueur est petite, plus grande est la fréquence de résonance et meilleure est la sensibilité. Cependant, plus l'épaisseur est grande, plus grande est la fréquence de résonance, mais cela n'a pas d'influence sur la sensibilité.

Les résultats de cette partie ont permis de comprendre l'influence de la géométrie et des dimensions sur la sensibilité d'une micropoutre vis-à-vis de la masse volumique du gaz. A partir de cette étude, on peut donc concevoir des structures plus ou moins sensibles à la variation de la masse volumique selon l'application envisagée.

Par ailleurs, l'implémentation de la linéarisation de la phase pour la détermination des variations de la fréquence propre a permis la mesure d'une détection de 2mg/l de variation de la masse volumique obtenue pour toutes les structures testées. Une limite de détection de 0.11mg/l (correspondant à une concentration de 100ppm de  $H_2$  dans  $N_2$ ) de variation de la masse volumique est estimée, ce qui est largement plus petit que la valeur (88mg/l) de l'état de l'art des résonateurs mécaniques [ROS14].

### 3.6 Considérations électromécaniques pour l'amélioration des performances

La partie 3.5 a traité la piste principale menant à l'amélioration de la sensibilité, à savoir, l'optimisation géométrique des structures. Comme la sensibilité dépend aussi du mode de résonance ainsi que du rapport module d'Young sur la masse volumique du matériau (Eq.3.5), une amélioration de la sensibilité par l'utilisation des modes supérieurs ainsi que le choix d'un matériau ayant un plus grand rapport  $E/\rho$  que le silicium, tel que le diamant monocristallin ( $E = 1050-1200$  GPa,  $\rho = 3520$  kg.m<sup>-3</sup>), améliorerait considérablement la sensibilité des micropoutres, mais augmenterait aussi la force nécessaire pour la mise en vibration (plus grande rigidité). Toutefois, cela ne suffit pas, car les considérations électromécaniques doivent aussi être prises en compte afin d'améliorer la sensibilité mais surtout les performances des micropoutres. En effet, compte tenu des modes d'actionnement et de détection adoptés pour les structures (actionnement électromagnétique et détection piézorésistive), les tensions de polarisation du demi-pont piézorésistif ainsi que le courant d'actionnement ont une influence considérable sur les performances des capteurs, notamment, sur le bruit et le facteur de qualité intervenant dans la limite de détection (résolution). Ces aspects ainsi que les modes supérieurs sont étudiés dans cette partie.

#### 3.6.1 Influence du courant d'actionnement et des tensions de polarisation

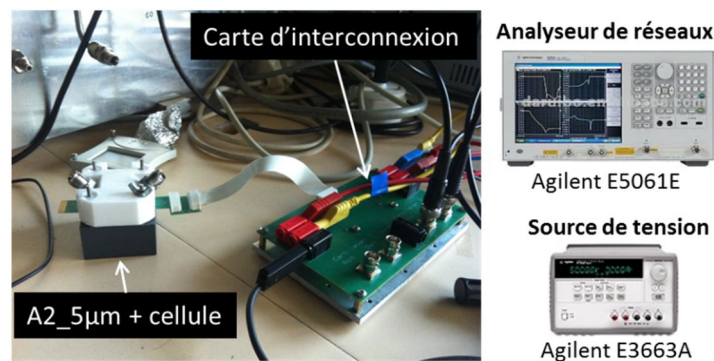
Un courant électrique parcourant une résistance électrique produit de la chaleur par effet Joule. Cette chaleur a entre autre pour conséquence la modification des propriétés mécaniques de la micropoutre (module d'Young du matériau et dimensions de la poutre). Cependant, l'effet de la

température est plus important sur le module d'Young que sur les dimensions et en conséquence, les variations de la température modifient la fréquence de résonance et le facteur de qualité essentiellement à cause de la dépendance du module d'Young avec la température [GYS04, LEE06]. Ces variations de la fréquence de résonance ont un impact direct sur la sensibilité des micropoutres (Eq.3.4). De plus, de forts courants ou tensions d'actionnement produisent de fortes forces d'actionnement, ce qui peut faire sortir le comportement de la poutre de son régime de fonctionnement linéaire, ce qui n'est pas forcément souhaitable. Par ailleurs, comme le rapport signal sur bruit de la tension en sortie du demi-pont piézorésistif et la température de la micropoutre dépendent des tensions de polarisation, l'influence de celles-ci sur les performances du capteur doit être étudiée.

### 3.6.1.1 Courant d'actionnement

Les phénomènes de non-linéarités, se traduisant par une asymétrie du spectre du module du gain, peuvent avoir plusieurs origines. Toutefois, les sources usuellement rencontrées dans les micropoutres résonantes sont provoquées par : (1) de larges déformations de la poutre appelées non-linéarités géométriques, ou par (2) une apparition d'autres degrés de liberté dans le mouvement de la poutre appelée non-linéarités inertielles (voir la partie 3.6.3). Pour éviter ou provoquer ce phénomène, il est donc important de caractériser chaque poutre en fonction de la force d'actionnement. Compte tenu du mode d'actionnement utilisé dans cette étude, l'augmentation du courant provoque une augmentation de la force d'actionnement et l'augmentation de l'effet Joule se produisant sur la piste d'actionnement. Le premier impact du courant vise donc l'amplitude des déplacements et le second provoque un échauffement de la micropoutre.

Afin de voir expérimentalement l'influence du courant d'actionnement sur le comportement d'une micropoutre résonante, des mesures ont été effectuées sur la poutre A2\_5 $\mu$ m (Tab.3.1) autour du premier mode de flexion en conditions atmosphériques ( $T \approx 20^\circ\text{C}$ ,  $P = 1\text{atm}$ ). Cette expérience consiste à faire varier le courant d'actionnement permettant de faire varier la force d'actionnement de la structure ainsi que sa température. Les deux piézorésistances de cette micropoutre ont été polarisées avec une tension de  $\pm 1\text{V}$  en utilisant une source de tension Agilent E3663A. La résistance de la piste d'actionnement est d'environ  $26\Omega$ . L'analyseur de réseaux Agilent E5061B a été utilisé en mode gain/phase en faisant varier la tension d'excitation de  $1.25\text{mV}$  à  $500\text{mV}$  ce qui correspond à des variations de courants d'actionnement ( $I_{act}$ ) allant d'environ de  $0.016\text{mA}$  à  $6.6\text{mA}$  (compte tenu de la résistance de  $50\Omega$  du générateur). La micropoutre est mise dans une cellule (comme lors des mesures avec la ligne à gaz) à deux ouvertures pour limiter le transfert de chaleur par convection. La configuration du banc de mesure est présentée dans la Fig.3.8.



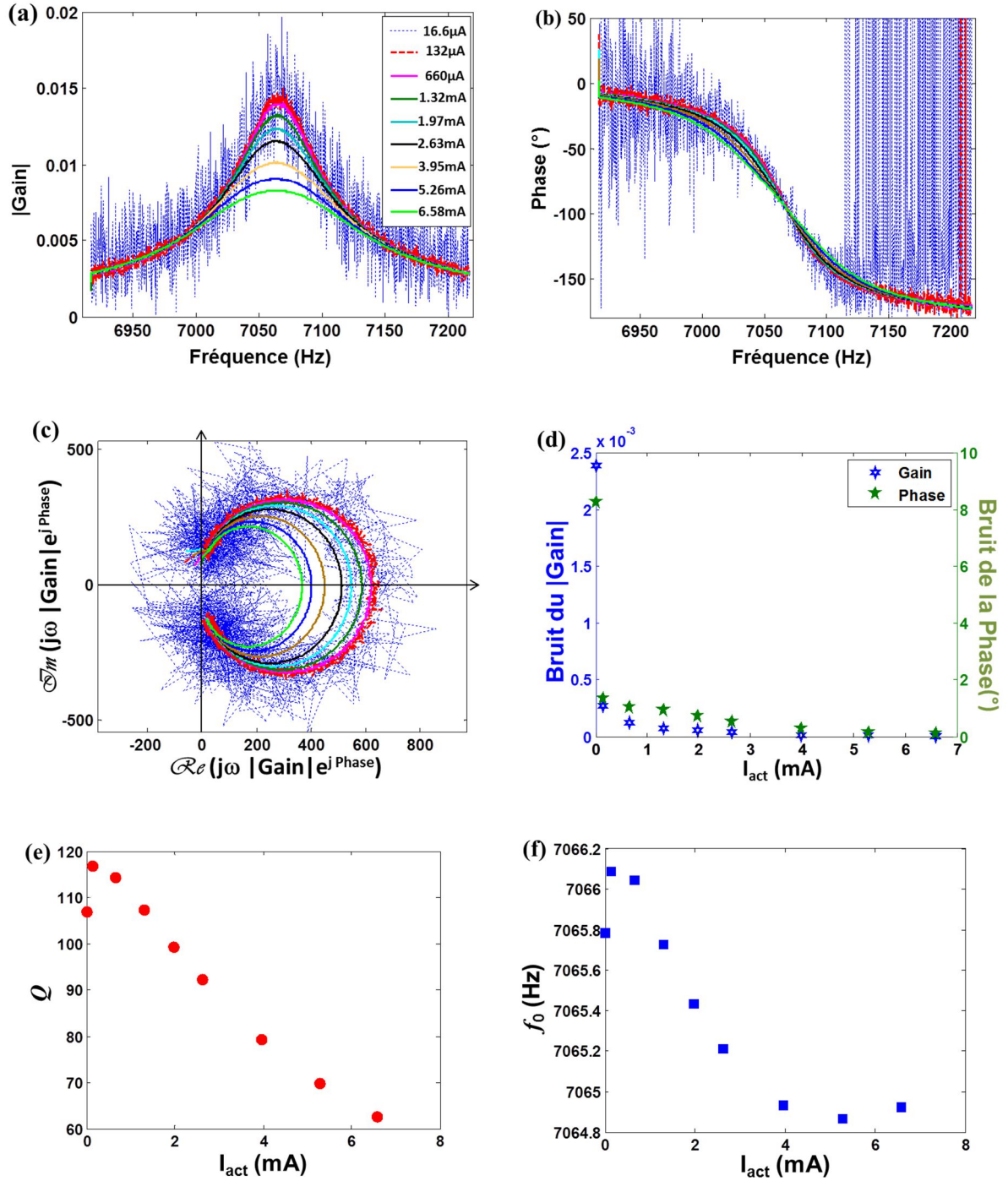
**Figure 3.8 :** Banc expérimental permettant l'étude de l'influence du courant d'actionnement et de la tension de polarisation.

Les acquisitions de gain/phase ainsi que leurs représentations dans le plan de Nyquist, correspondant aux différents courants d'actionnement, sont reportés dans les *Figs.3.9.a-c*. On y remarque que pour un faible courant d'actionnement (exemple  $16.6\mu\text{A}$ ), les spectres de résonance présentent des bruits relativement élevés. Ceci est dû au fait que les déplacements de la micropoutre et par conséquent, les déformations mécaniques à l'encastrement, que génèrent ces courants d'actionnement, sont relativement faibles. En fait, la jauge de déformation (la piézorésistance proche de l'encastrement) délivre dans ces conditions des variations de résistance très faibles (à l'image des déformations) ce qui se traduit par un faible signal électrique qui est presque du même ordre de grandeur que le bruit. Il en résulte qu'il est nécessaire d'avoir des déplacements suffisamment grands pour pouvoir provoquer des déformations à l'encastrement mesurables, c'est-à-dire, un bon rapport entre le signal que délivre le demi-pont piézorésistif et son bruit. Ce dernier critère peut être considéré comme étant satisfait à partir d'un courant d'excitation de  $132\mu\text{A}$  comme on peut le voir sur les *Figs.3.9.a-c* ainsi que sur la *Fig.3.9.d* qui montre l'évolution des bruits sur les spectres du module et de la phase autour de la résonance. Toutefois, on remarque aussi que le facteur de qualité se dégrade et que la fréquence de résonance diminue quand on augmente le courant d'actionnement comme on peut le voir sur les *Figs.3.9.e-f*. Ceci est la conséquence directe de la modification du module d'Young ayant un coefficient de température de  $-60\text{ppm.K}^{-1}$  pour le silicium [HOP10]. En effet, conformément aux équations *Eq.1.4* et *Eqs.1.33-34*, la diminution de la valeur du module d'Young diminue le facteur de qualité ainsi que la fréquence de résonance des micropoutres.

Comme cela a été précisé dans le précédent chapitre (partie 2.7.1), le comportement d'une micropoutre résonante en régime linéaire et sans couplage électrique est similaire à celui d'un système du second ordre. Dans ces conditions, la représentation, dans le diagramme de Nyquist, de la fonction de transfert de la vitesse de la micropoutre présente un cercle dont le diamètre correspond à l'amplitude maximale du spectre du module du gain (vitesse maximale) et dont le centre est sur l'axe réel. Or, comme on peut le constater sur la *Fig.3.9.c*, à partir d'un courant d'actionnement supérieur à  $2.63\text{mA}$ , les spectres dans le plan de Nyquist ne présentent plus des formes circulaires, ce qui caractérise une non-linéarité du comportement de la poutre. En effet, en raison de la surchauffe que provoquent ces courants d'actionnement sur la micropoutre, celle-ci se ramollit (diminution de la valeur du module d'Young et donc de la fréquence de résonance et du facteur de qualité) et subit en même temps de larges déformations causées par ces forts courants (forces) d'actionnement qui sont principalement à l'origine de ces non-linéarités.

Compte tenu de ces différentes constatations, il en résulte que les courants d'actionnement optimaux se situent entre  $132\mu\text{A}$  et  $1.32\text{mA}$ . Ceux-ci garantissent un rapport signal sur bruit satisfaisant sur les spectres de résonance (*Fig.3.9.d*), un régime quasi-linéaire (*Fig.3.9.c*) ainsi qu'un facteur de qualité pas trop dégradé (*Fig.3.9.e*).





**Figure 3.9** : Influence du courant d'actionnement sur les performances de la micropoutre A2\_5μm. (a) Spectres du module du gain. (b) Spectres de la phase. (c) Spectres dans le plan de Nyquist. (d) Bruits sur les spectres du module et de la phase du gain. (e) Facteur de qualité ( $Q$ ). (f) fréquence propre ( $f_0$ ).

### 3.6.1.2 Tension de polarisation

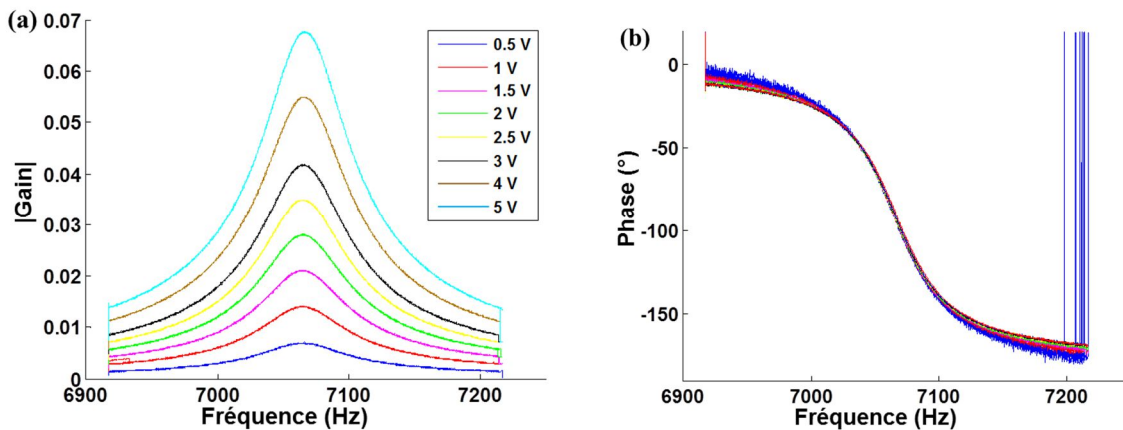
La polarisation du pont ou du demi-pont (Wheatstone) piézorésistif est nécessaire pour la transformation des variations de résistance en variation de tension. Ces tensions de polarisation ont une importance majeure dans la détermination du rapport signal sur bruit que délivre le pont (partie 1.4.5.1).

De plus, étant donné que les piézorésistances ont souvent des résistances allant de quelques centaines d'Ohms à quelques kiloOhms, elles sont donc une source d'effet Joule potentiellement importantes même pour des courants faibles. Il est donc important et nécessaire d'étudier l'influence de la tension de polarisation pour chaque géométrie de poutre, car leurs performances en dépendent.

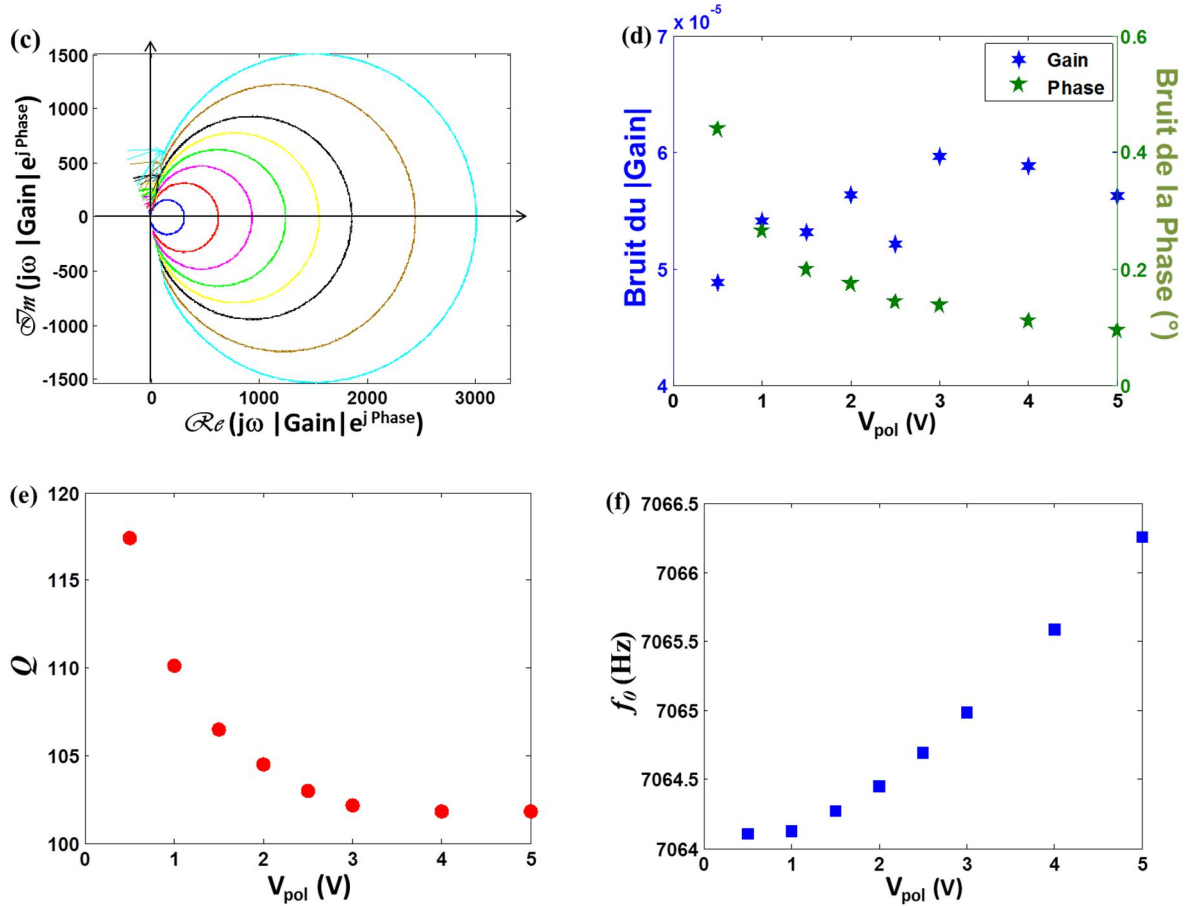
Tout comme dans la partie précédente, l'étude de l'influence de la tension de polarisation a été effectuée sur la micropoutre A2\_5 $\mu$ m en utilisant le même banc expérimental que pour l'expérience précédente (partie 3.6.1.1, Fig.3.8) en condition atmosphérique ( $T \approx 21^\circ\text{C}$ ,  $P = 1\text{atm}$ ). Les deux piézorésistances, l'une proche de l'encastrement et l'autre sur le substrat fixe, ont respectivement des résistances de  $976\Omega$  et  $963\Omega$ . Ces deux résistances ont été polarisées par des tensions allant de  $\pm 0.5\text{V}$  à  $\pm 5\text{V}$ . Des acquisitions de spectres de gain/phase (Agilent E5061B) ont été effectuées pour chaque tension de polarisation avec un courant d'actionnement constant d'environ  $1.3\text{mA}$  pour assurer un bon facteur de qualité (Fig.3.9.e) et un bon rapport signal sur bruit sur les acquisitions des spectres (Fig.3.9.d). Les résultats de cette expérience sont reportés sur la Fig.3.10.

On remarque que le maximum du module du gain est proportionnel à la tension de polarisation ' $V_{pol}$ ' (Fig.3.10.a). Ceci est dû au fait que la tension de sortie du demi-pont est proportionnelle à la tension  $V_{pol}$  conformément à Eq.1.48. Contrairement au courant d'actionnement, le régime linéaire de fonctionnement de la micropoutre ne semble pas être affecté par ces différentes tensions de polarisation comme le montre les spectres dans le plan de Nyquist ayant des formes quasi-circulaires (Fig.3.10.c). Ceci montre que l'échauffement dû à ces tensions de polarisation ne ramollit pas la poutre de manière suffisante pour provoquer de larges déformations pour la même force d'actionnement. Quant aux bruits sur les spectres du module et de la phase (Fig.3.10.d), on remarque que le bruit sur la phase diminue lorsque  $V_{pol}$  augmente, tandis que le bruit sur le gain semble ne pas être remarquablement affecté. Cependant, le rapport signal (correspondant au maximum du module du gain Fig.3.10.a) sur bruit (Fig.3.10.d) est proportionnel à  $V_{pol}$ , ce qui vient confirmer les Eqs.1.47-48 (partie 1.4.5.1).

En observant la courbe de la variation du facteur de qualité en fonction de la tension de polarisation  $V_{pol}$  (Fig.3.10.e), on remarque que comme prévu, en raison de l'effet Joule croissant que provoque la tension  $V_{pol}$  croissante, le module d'Young de la micropoutre diminue ( $-60\text{ppm.K}^{-1}$ ), ce qui diminue son facteur de qualité. Toutefois, celui-ci semble se stabiliser pour  $V_{pol}$  situé entre 3 et 5V, alors que la surchauffe que produisent ces tensions (effet joule proportionnel à  $V_{pol}^2$ ) devrait détériorer d'avantage le facteur de qualité. D'autre part, on remarque aussi que la fréquence propre ' $f_0$ ' (ou de résonance ' $f_r$ ') a une tendance plutôt croissante en fonction de  $V_{pol}$  (Fig.3.10.f). Ces constatations inattendues montrent que la chaleur générée par les piézorésistances n'a pas le même effet que celui de la piste d'actionnement.





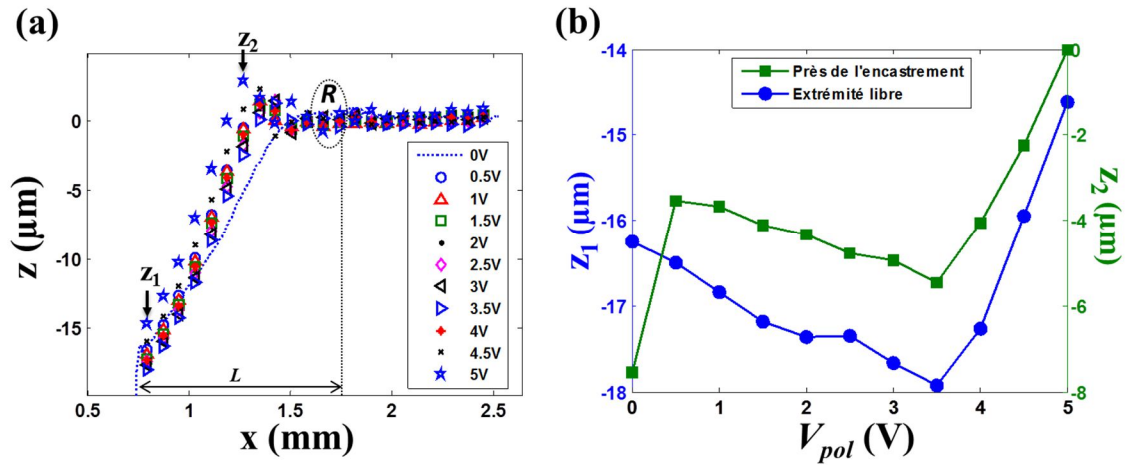


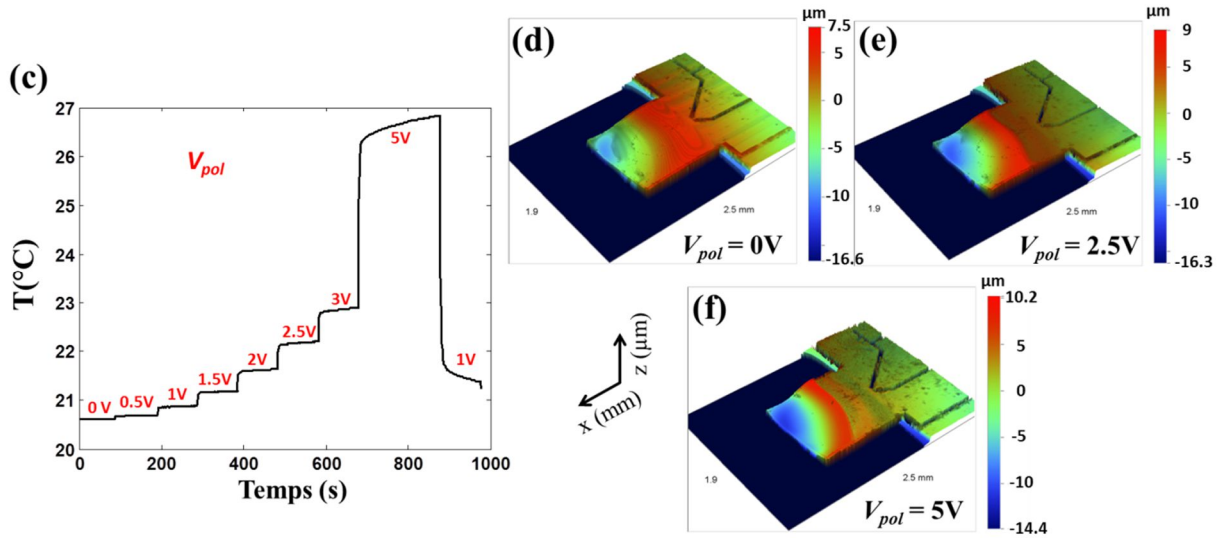
**Figure 3.10 :** Influence des tensions de polarisation sur les performances de la micropoutre A2\_5μm. (a) Spectres du module du gain. (b) Spectres de la phase. (c) Spectres dans le plan de Nyquist. (d) Bruits sur les spectres du module et de la phase du gain. (e) Facteur de qualité ( $Q$ ). (f) fréquence propre ( $f_0$ ).

Si l'on revient sur la Fig.3.9.f on remarque qu'à partir d'un courant d'actionnement d'environ 5.26mA, l'évolution de la fréquence propre change de tendance et augmente. Ce courant d'actionnement ainsi que les tensions de polarisation ( $\pm 1V$ ) correspondent à une dissipation de puissance totale d'environ 2.8mW dans la micropoutre (2mW dans les piézorésistances et 0.8mW dans la piste d'actionnement). De même, les tensions de polarisation correspondant à  $\pm 1V$  et un courant d'actionnement de 1.3mA produisent une dissipation de puissance d'environ 2.1mW. En effet, ces deux puissances dissipées correspondent à peu près aux points d'inversement de la monotonie des caractéristiques de la fréquence propre en fonction du courant d'actionnement et des tensions de polarisation (Fig.3.9.f et Fig.3.10.f). Une des raisons probables de ce phénomène (augmentation de la fréquence propre en fonction de la température) c'est que pour une certaine puissance dissipée dans la micropoutre (dans notre cas et dans les conditions de ces expériences, une puissance supérieure à 2mW), la couche de gaz en contact avec la micropoutre est réchauffée par celle-ci, ce qui fait diminuer la masse volumique de ce gaz. Compte tenu de la très bonne sensibilité de la géométrie A2\_5μm vis-à-vis de la masse volumique du gaz environnant ( $117\text{Hz.kg}^{-1}.\text{m}^3$ , Fig.3.5.d), cette structure pourrait être plus sensible à la variation de la masse volumique du gaz environnant qu'à la variation du module d'Young due à la température. En d'autres termes, pour la micropoutre A2\_5μm, l'effet de la température sur le module d'Young est dominé par l'effet de la température sur la masse volumique du gaz. Dans ces conditions, la dégradation du facteur de qualité en fonction de  $V_{pol}$  qui se stabilise entre 3 et 5V serait à l'origine d'un équilibre entre l'augmentation des pertes internes et la diminution des

pertes externes (l'amortissement dû au gaz environnant). Cette nouvelle hypothèse sera étudiée et vérifiée dans le prochain chapitre.

Sinon, une deuxième hypothèse sur l'origine de l'augmentation de la fréquence de résonance, en fonction de la chaleur produite par les tensions de polarisation dans les piézorésistances, est la modification des déformations mécaniques à l'encastrement en raison d'un effet bilame entre la micropoutre et la piézorésistance proche de l'encastrement. Ce phénomène induit une déflexion statique de la poutre pouvant augmenter sa rigidité et donc sa fréquence de résonance. Pour illustrer ce phénomène, une expérience a été effectuée sur la micropoutre A2\_5 $\mu$ m en mode statique (pas de courant d'actionnement) en faisant varier la tension  $V_{pol}$  entre 0 et 5V avec un pas de 0.5V. La mesure des déflexions statiques provoquées par ces tensions sont mesurées en utilisant un profilomètre optique (Veeco NT9080 [WEB2]). Les résultats de cette expérience sont exposés sur la Fig.3.11. On y remarque que la poutre est déjà fléchie au repos (absence de tout courant) d'un peu plus de -16 $\mu$ m et que cette déflexion augmente en fonction de  $V_{pol}$  entre 0 et 3.5V avant de diminuer entre 3.5 et 5V (Fig.3.11.a-b). Il est très difficile d'expliquer de manière pertinente les différentes phases de dilatations intervenant dans ce comportement avec simplement une mesure au profilomètre. Toutefois, il est clair que les effets bilames se produisant entre les différents matériaux constituant la micropoutre (silicium, aluminium, silicium dopé-bore, *etc.*) sont à l'origine de ces déflexions. L'absence d'une dépendance monotone entre la déflexion statique et l'échauffement que produit  $V_{pol}$  (Fig.3.11.c réalisée en calibrant la résistance de la piste d'actionnement comme capteur de température), comme on peut le voir sur la Fig.3.11.b, nous laisse sceptique quant à la responsabilité de ce phénomène dans l'augmentation monotone de la fréquence de résonance dans le mode dynamique (Fig.3.10.f). Les Figs.3.11.d-f montrent les images 3D réalisées par le profilomètre et qui montrent la morphologie de la poutre, respectivement, pour  $V_{pol} = 0V, 2.5V$  et  $5V$ .





**Figure 3.11** : Mesures des déflexions statiques au profilomètre en fonction de la tension de polarisation du demi-pont piézorésistif ( $\pm V_{pol}$ ). (a) Déflexion statique le long de la micropoutre et  $R$  désigne l'emplacement de la jauge de déformation. (b) Déflexion statique de l'extrémité libre et près de l'encastrement de la micropoutre en fonction de  $V_{pol}$ . (c) Variation de la température de la micropoutre en fonction de  $V_{pol}$ . (d-f) Morphologie de la micropoutre, respectivement, pour  $V_{pol} = 0V$ ,  $2.5V$  et  $5V$ .

### 3.6.1.3 Limite de détection

La limite de détection qui est propre à chaque résonateur mécanique, en l'occurrence ici à chaque micropoutre, dépend de sa sensibilité et de son bruit. Le bruit ne pourra pas être plus faible que le bruit thermomécanique puisque celui-ci est intrinsèque à la structure et à la bande fréquentielle de mesure, à ce bruit se rajoute les bruits électroniques dus aux dispositifs de mesure et d'excitation. Le bruit thermomécanique est la conséquence de l'interaction entre la micropoutre et son environnement à travers des collisions aléatoires entre les molécules environnantes et la structure de la micropoutre. Dès lors que la poutre est en équilibre thermique avec son environnement, un mouvement Brownien (bruit blanc) de la poutre est créé en raison des fluctuations de la température (équilibre thermodynamique) [ALV06]. La moyenne quadratique des fluctuations de la fréquence propre à cause du bruit thermique est donnée par [ALB91] :

$$\langle \Delta f_{th,n}^2 \rangle \approx \frac{B k_B T}{4 A^2 \pi^2 m f_n Q} \quad (3.6)$$

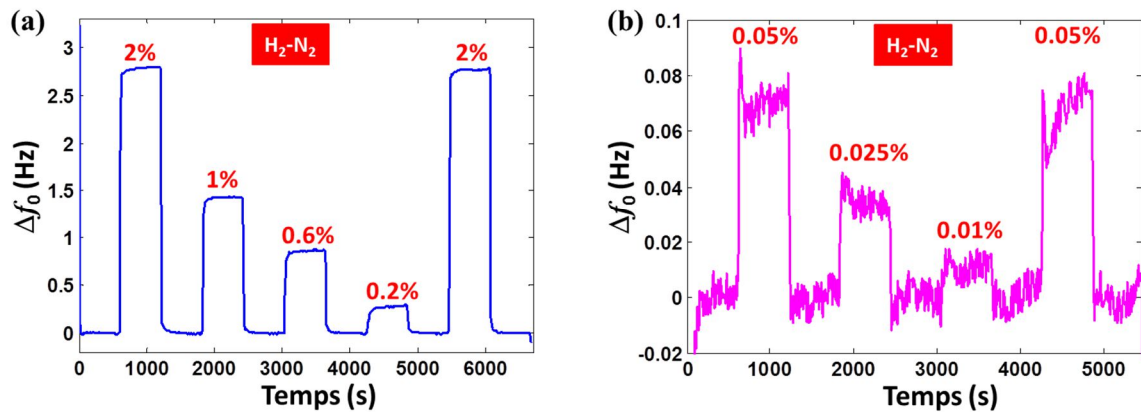
Avec  $B$  la bande fréquentielle de mesure (ou  $BFM$ ),  $k_B$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température,  $A$  l'amplitude des oscillations,  $m$  la masse de la poutre et  $f_n$  la  $n^{\text{ème}}$  fréquence propre.

Le bruit thermomécanique est donc inversement proportionnel au facteur de qualité, à la fréquence propre et au carré de l'amplitude des vibrations. Pour une micropoutre donnée, il est donc important d'avoir des amplitudes de vibration suffisamment grandes pour limiter ce bruit thermique tout en restant dans le régime linéaire de fonctionnement.

Par ailleurs, de grandes amplitudes de déplacement signifient de grandes déformations mécaniques sur la jauge (piézorésistance) proche de l'encastrement, ce qui permet d'augmenter considérablement le rapport signal sur bruit du demi-pont piézorésistif. Dans les parties 3.6.1.1-2, un

courant d'actionnement de 1.3mA et des tensions de polarisation de  $\pm 1.5V$  ont permis d'avoir un bon facteur de qualité et un bon rapport signal sur bruit du demi-pont piézorésistif pour la structure A2\_5 $\mu$ m. Ces paramètres électriques sont donc choisis pour tenter d'améliorer la limite de détection théorique de cette structure (Tab.3.3 0.01% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>). L'analyseur de réseaux *Agilent E5061B* est utilisé dans cette expérience avec la configuration suivante : tension de sortie (50 $\Omega$ ) = 100mV, moyennage = 1, temps de balayage fréquentiel = 10s et bande de fréquence de mesure (*BFM* ou *span*) = 300Hz.

La Fig.3.12.a montre une détection de concentrations allant de 2% à 0.2% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> en utilisant les nouveaux paramètres électriques optimums ( $I_{act} = 1.3mA$ ,  $V_{pol} = \pm 1.5V$ ). La limite de détection est définie comme étant le signal (variation de la fréquence propre) correspondant à 3 fois le bruit. Ce dernier est estimé par un calcul de l'écart-type sur une région stable ( $\Delta f_0 = 0Hz$ ) sur la courbe de détection (ex : 100% N<sub>2</sub>). La limite de détection, ou *LDD*, est estimé à 0.0067% (67ppm) de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> ce qui correspond à une amélioration de 33ppm par rapport à l'ancienne *LDD* (Tab.3.3). Afin de vérifier cette valeur et de mesurer la vraie *LDD*, une autre expérience est effectuée sur la même micropoutre (A2\_5 $\mu$ m) en utilisant une autre bouteille de H<sub>2</sub> diluée à 0.2% dans N<sub>2</sub>. Celle-ci permet, en utilisant la ligne à gaz, de générer des concentrations beaucoup plus faibles. La Fig.3.12.b présente la courbe de détection de H<sub>2</sub> en basses concentrations et montre qu'une détection de 0.01% correspondant à 100ppm de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> est tout à fait possible. La limite de détection est donc plus basse.



**Figure 3.12 :** Recherche de la limite de détection (*LDD*) réelle de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> en utilisant les paramètres électriques optimums. (a) Détection de grandes concentration. (b) Détection de basses concentrations.

### 3.6.1.4 Conclusion

L'étude de l'influence de la tension de polarisation et du courant d'actionnement sur les performances de la micropoutre A2\_5 $\mu$ m, en termes de rapport signal sur bruit, de fréquence de résonance et du facteur de qualité, a montré l'importance du bon choix de ces paramètres électriques. Le courant d'actionnement doit être choisi de manière à ne pas trop chauffer la structure et donc pas trop diminuer le module d'Young, ce qui conduit à la dégradation du facteur de qualité et de la sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du gaz. De même, les tensions de polarisation doivent être choisies de manière à avoir des spectres de résonance (module et phase du gain) ayant de très bons rapports signal sur bruit sans pour autant trop chauffer la structure et dégrader ses performances. Pour la micropoutre étudiée, un courant d'actionnement d'environ 1.3mA et des tensions de polarisation de 1V à 2V seraient

un bon compromis entre le bon rapport signal sur bruit (sur la mesure des variations de la fréquence propre) et la bonne sensibilité permettant d'avoir une meilleure limite de détection.

### 3.6.2 Investigation des modes supérieurs

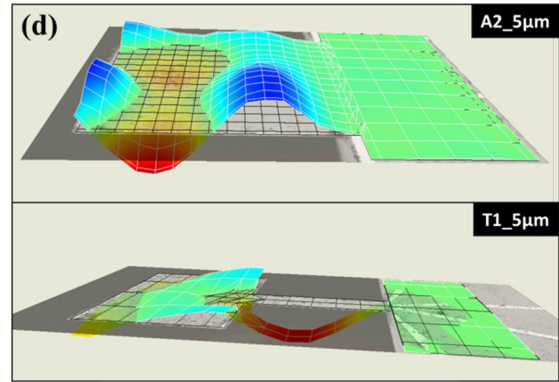
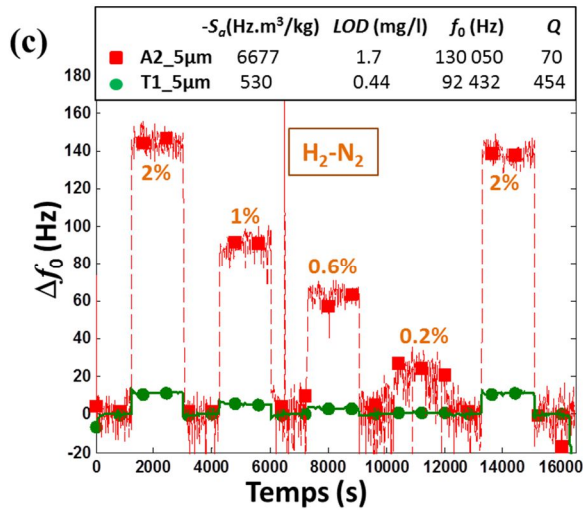
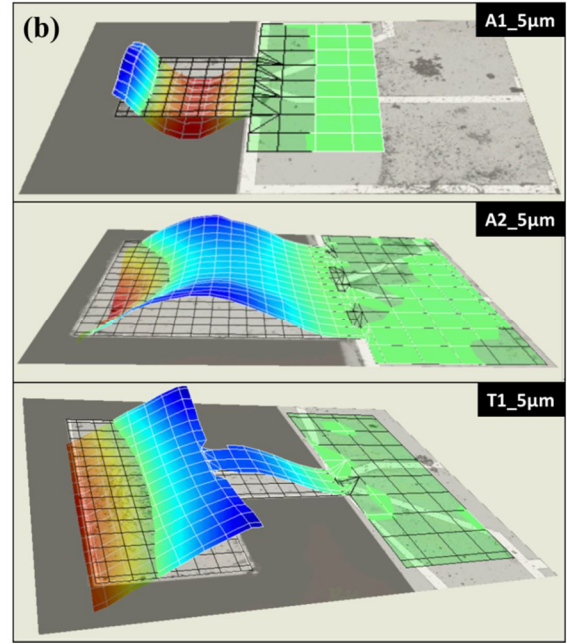
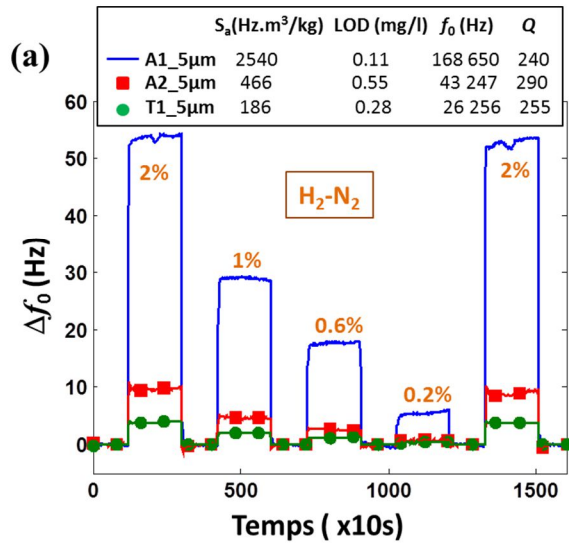
La sensibilité des micropoutres résonantes vis-à-vis de la masse volumique du gaz dépend aussi du mode de résonance ( $\lambda^2$ , Eq.3.5). Dans cette partie, des exemples de détection de  $H_2$  dans  $N_2$  en utilisant les micropoutres A1\_5 $\mu$ , A2\_5 $\mu$ m et T1\_5 $\mu$ m en les excitant aux seconds et troisièmes modes de résonance sont présentés.

Les résultats de détection ainsi que les mouvements des structures aux différents modes sont présentés sur la Fig.3.13. On note que le troisième mode de résonance de la structure A1\_5 $\mu$  a un comportement non-linéaire (voir la partie 3.6.3) quel que soit le courant d'actionnement, c'est pour cette raison que la courbe de détection correspondante n'est pas présentée sur la Fig.3.13.c.

On remarque que les sensibilités des capteurs se sont améliorées en passant des premiers (Tabs.3.2-3) aux seconds modes de résonance (Fig.3.13.a). De même, le passage du second au troisième mode a aussi amélioré les sensibilités (Fig.3.13.c). En revanche, il n'en est pas forcément de même pour les limites de détection qui, généralement, se dégradent en raison de l'augmentation du bruit pour les hautes fréquences de résonance comme on peut le constater sur les Fig.3.13.a et Fig.3.13.c. Sur cette dernière figure, on remarque aussi que le facteur de qualité de la micropoutre A2\_5 $\mu$  au 3<sup>ème</sup> mode s'est plutôt dégradé contrairement à ce qui est attendu (Eq.1.34). Ceci est dû à un couplage électrique important dans cette gamme de fréquence qui a modifié la réponse du capteur.

Cette étude montre que les micropoutres les plus sensibles aux premiers modes, le sont aussi pour les modes supérieurs et que l'utilisation de ces derniers permet une amélioration remarquable de la sensibilité des capteurs. En outre, ces expériences ont montré que les modes supérieurs ont, généralement, des rapports signal sur bruit ( $RSB$  : variation de la fréquence propre sur le bruit) plus faibles que ceux des modes inférieurs et que par conséquent, leurs limites de détection sont plus grandes. Nous avons aussi remarqué qu'à partir du troisième mode, l'influence du couplage électrique sur la réponse spectrale de certaines structures (ex : A2\_5 $\mu$ m) devient très importante, ce qui dégrade les performances des capteurs, notamment, en termes de facteur de qualité et de linéarité de la réponse, comme on peut le constater pour la structure A2\_5 $\mu$ m sur la Fig.3.13.c. A noter aussi que sur cette figure, la courbe de détection du 3<sup>ème</sup> mode de résonance de la structure A1\_5 $\mu$ m ( $f_0 \approx 472$ kHz) n'est pas représentée, en raison de l'absence de linéarité dans sa réponse (voir partie 3.6.3), même pour de très faibles courants d'actionnement.



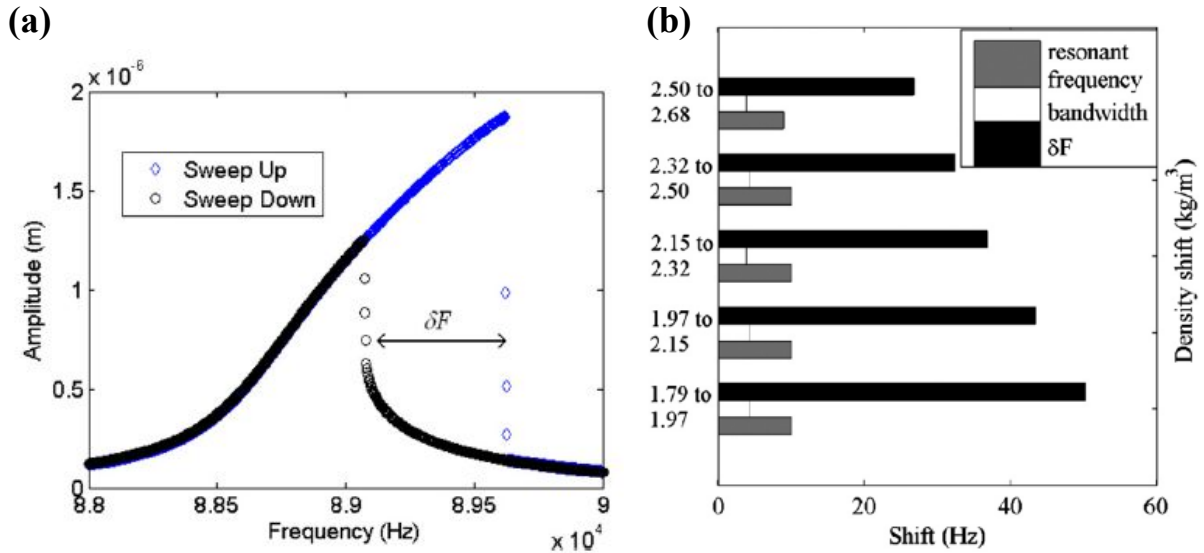


**Figure 3.13 :** Detections de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> en exploitant les seconds et troisièmes modes de résonance des structures A1\_5μ, A2\_5μm et T2\_5μm. (a et c) Courbes de détection aux seconds et troisièmes modes de résonance. (b et d) Reconstitution des mouvements des structures aux seconds et troisièmes modes de résonance en utilisant un vibromètre optique [WEB3].

### 3.6.3 Exploitation du comportement non-linéaire

Dans ses travaux de thèse, Waugh [WAU10] a démontré une amélioration significative de la sensibilité d'un micropont résonant vis-à-vis de la masse volumique et de la viscosité d'un gaz, en exploitant le résonateur dans son régime non-linéaire (larges déplacements) plutôt qu'en régime linéaire. La mesure des propriétés physiques (masse volumique et viscosité) des gaz est basée sur la mesure de la variation des fréquences de deux points singuliers sur le spectre de résonance non-linéaire. Le premier point correspond au saut du gain (décroissance brutale) dans le sens croissant du balayage

fréquentiel et le second point correspond au saut du gain (croissance brutale) dans le sens décroissant du balayage fréquentiel (*Fig.3.14.a*). La différence de fréquence entre ces deux points est notée  $\delta F$ . La *Fig.3.14.b* montre la différence de signal entre la mesure de la fréquence de résonance et de la bande passante à -3dB en régime linéaire et la mesure de  $\delta F$  en régime non-linéaire.



**Figure 3.14 :** Exploitation du régime non-linéaire pour l'amélioration de la sensibilité d'un micropont vis-à-vis de la masse volumique et de la viscosité du gaz [WAU11]. (a) Méthode de mesure des variations du comportement du micropont en régime non-linéaire. (b) Différence entre la mesure des variations de la masse volumique d'un gaz en régime linéaire et en régime non-linéaire.

Les sources de non-linéarités dans un MEMS en général peuvent avoir des origines multiples telles que : les propriétés des matériaux, les systèmes d'actionnement et de détection, les mécanismes d'amortissement, les procédés d'absorption et de désorption ainsi que les effets géométriques et inertiels de la structure [WAU11, VIL13]. Les phénomènes de non-linéarités communément observés et étudiés sont les effets géométriques et inertiels d'une structure dynamique. Le premier effet (géométrique) est provoqué par de larges déformations de la structure provoquant une non-linéarité entre la déflexion de la poutre et les contraintes mécaniques qu'elle subit et induisant ainsi un comportement ramollissant (softening behavior en anglais). Le second effet (inertiel) est la conséquence d'une apparition d'autres degrés de liberté dans le mouvement de la poutre provoquant ainsi un comportement rigidifiant de la structure (stiffening behavior en anglais).

Pour effectuer des mesures de variations de la masse volumique en régime non-linéaire et en utilisant la méthode présentée dans *Fig.3.14.a*, il est impératif d'avoir un analyseur de spectre pouvant effectuer des balayages de fréquences dans les deux sens, c'est-à-dire, fréquences croissantes et décroissantes. Ne disposant pas d'un analyseur capable d'effectuer des balayages décroissants, dans cette étude, nous nous sommes contentés de suivre le déplacement horizontal de la pente maximale sur le spectre du module du gain, afin de suivre les variations de la fréquence de résonance.

Comme nous avons pu le voir sur la micropoutre A2\_5 $\mu$ m, les forts courants d'actionnement (*Fig.3.9.a*) ne provoquent pas des sauts du module du gain (points singuliers). En revanche, sur le second mode, les forts courants d'actionnement induisent des non-linéarités apparentes sur le spectre du

module comme on peut le voir sur le *Fig.3.15.a*. C'est donc ce mode qui a été choisi pour l'étude des potentialités de détection en régime non-linéaire.

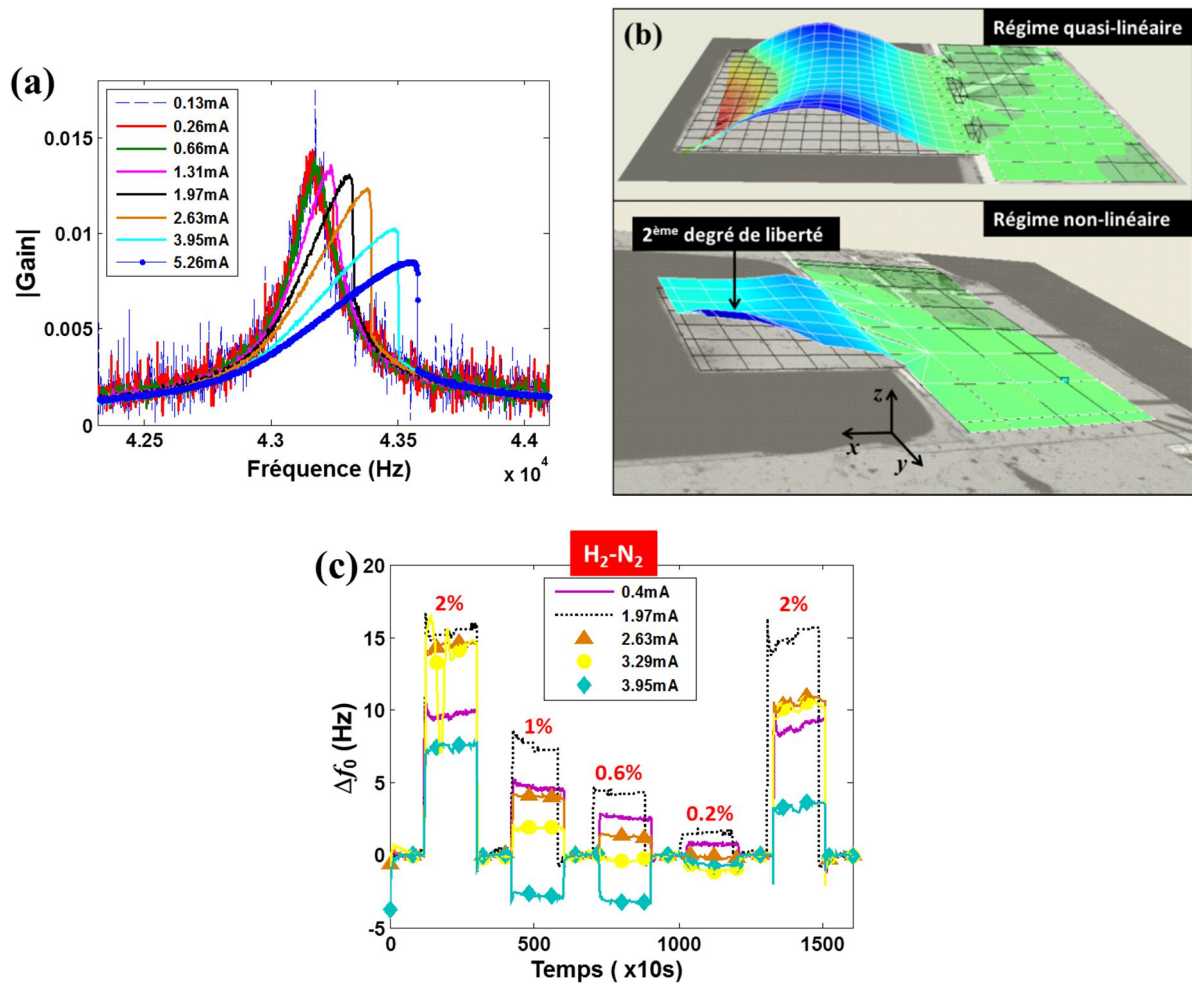
Sur la *Fig.3.15.a* on voit l'influence du courant (image de la force d'actionnement) sur le comportement de la micropoutre A2\_5 $\mu$ m pour le second mode ( $f_{0,2} \approx 4.315$ kHz). Pour des courants d'actionnement inférieurs à 1.92mA, le comportement est quasi-linéaire, tandis qu'au-delà de ce courant, le régime devient non-linéaire avec un comportement rigidifiant dominant [VIL13]. L'origine de ces non-linéarités vient donc d'une apparition d'un ou d'autres degrés de liberté dans le mouvement de la poutre. Pour voir de plus près ce phénomène, une mesure au vibromètre optique [WEB3] a été réalisée sur cette structure afin de reconstituer son mouvement en régime non-linéaire en utilisant une grande force d'actionnement. Les résultats de cette expérience sont présentés dans la *Fig.3.15.b*. Sur celle-ci on distingue le régime quasi-linéaire du second mode de vibration et le régime non-linéaire du second mode avec une apparition d'un deuxième degré de liberté dans le mouvement de la structure. Ce résultat de mesure montre qu'il y a bien une non-linéarité inertielle et confirme bien les mesures électriques (*Fig.3.15.a*).

A présent, revenons à l'objet principal de cette étude, à savoir, la comparaison des sensibilités des régimes linéaires et non-linéaires vis-à-vis de la masse volumique du gaz. Pour réaliser cette comparaison, des mesures de concentrations de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> (0.2%-2%) ont été réalisées pour le second mode et en régime non-linéaire de la micropoutre A2\_5 $\mu$ m, en appliquant des courants d'actionnement allant de 0.13mA à 5.26mA. La *Fig.3.15.c* montre les courbes de détection obtenues pour les différents courants d'actionnement. Une détection en régime linéaire correspondant à un courant d'actionnement d'environ 0.4mA est ajoutée à cette figure pour comparer les sensibilités. A noter aussi que toutes les courbes de détection ont été mesurées à partir de spectres obtenus avec des tensions de polarisation de  $\pm 3$ V (amélioration considérable du rapport signal sur bruit pour le 2<sup>nd</sup> mode).

On remarque sur la *Fig.3.15.c* que pour un courant d'actionnement d'environ 1.97mA, la sensibilité de la poutre s'est améliorée d'environ 50% par rapport au régime linéaire. Cependant, pour les autres courants d'actionnement (2.63mA, 3.29mA et 3.95mA), la sensibilité a non seulement diminué, mais une non linéarité de la réponse de la poutre est aussi apparue. Ceci est dû au fait que l'augmentation et la diminution de la fréquence de résonance ne passent pas par le même chemin (hystérésis) en régime non-linéaire (*Fig.3.14.a*). La courbe de détection avec le courant d'actionnement de 1.97mA a fait exception car la différence de fréquence entre les deux points singuliers ( $\delta F$ ) est faible contrairement aux autres courants.

Cette étude a montré que l'exploitation du comportement non-linéaire de la micropoutre améliore considérablement sa sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du gaz en mesurant simplement la variation de la fréquence de résonance lorsque  $\delta F$  est faible.





**Figure 3.15 :** Etude du comportement non-linéaire pour la mesure de la masse volumique du gaz en utilisant la micropoutre A2\_5 $\mu$ m. (a) Spectres du module du gain au second mode de résonance en appliquant différents courants d'actionnement. (b) Reconstitution du mouvement de la structure en régime quasi-linéaire et en régime non-linéaire du second mode de résonance en utilisant un vibromètre optique [WEB3]. (c) Variation de la fréquence propre en fonction de la concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  (0.2%-2%) en régime linéaire (courbe rose en ligne continue) et en régime non linéaire (autres courbes).

### 3.7 Conclusion

Pour améliorer la sensibilité des micropoutres vis-à-vis de la variation de la masse volumique du gaz environnant, nous avons étudié plusieurs paramètres, à savoir, l'influence de la géométrie et des dimensions de la poutre, l'influence des courants et des tensions de polarisation, l'influence des modes supérieurs et des phénomènes de non-linéarités. Nous avons démontré dans cette étude qu'en termes de géométrie, la poutre parallélépipédique est plus sensible aux variations la masse volumique que les géométries en forme de T ou de U et que sa sensibilité dépend du rapport largeur sur le carré de la longueur ( $b/L^2$ ). Nous avons aussi montré que les paramètres électriques, à savoir, le courant d'actionnement et la tension de polarisation ont une influence majeure sur le facteur de qualité et le bruit du capteur et qu'un bon choix de ses paramètres permet d'améliorer les performances de la micropoutre, notamment, en termes de limite de détection. Nous avons aussi vérifié les sensibilités des modes supérieurs qui sont plus grandes que celles des modes inférieurs. Toutefois, très souvent, plus les fréquences de résonance sont grandes, plus il y a un risque de couplage électrique important (dégradation du facteur de qualité) et plus le rapport signal sur bruit diminue (dégradation des limites de

détection). Par conséquent, les premiers modes, ayant des fréquences de résonance plus petites sont généralement à privilégier lorsque l'on souhaite obtenir les meilleures limites de détection. En revanche, les plus grandes variations de fréquence de résonance sont obtenues avec les modes supérieurs souvent au détriment de la résolution (limite de détection). Nous nous sommes aussi intéressés au fonctionnement en régime non-linéaire à dominance inertielle et nous avons montré expérimentalement que lorsque les deux points singuliers sont très proches, la micropoutre A2\_5 $\mu$ m présente une meilleure sensibilité que lorsqu'elle est en régime linéaire. Par ailleurs, la détection de 0.11mg.l<sup>-1</sup> (100ppm d'hydrogène dans l'azote) a été faite avec la micropoutre A2\_5 $\mu$ m en régime linéaire et la limite de détection de cette poutre est donc plus faible. Ce résultat est la meilleure limite de détection, en termes de masse volumique de gaz, jamais atteinte dans les capteurs mécaniques, elle est plus de 1000 fois plus petite que la valeur de 88mg.l<sup>-1</sup> annoncée par Rosario *et al.* [ROS14] (cette valeur est une extrapolation de mesures faites à beaucoup plus grande valeur de variation de masse volumique).

### 3.8 Bibliographie

- [ALB91] T. Albrecht, P. Grutter, D. Horne and D. Rugar, Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity, *Journal of Applied Physics*, 69 (1991), pp 668–673.
- [ALV06] M. Álvarez, J. Tamayo, J. A. Plaza, K. Zinoviev, C. Domínguez, and L. M. Lechuga, Dimension dependence of the thermomechanical noise of microcantilevers, *Journal of Applied Physics* 99 (2006), 024910 pp-7.
- [AND10] B. Ando, S. Baglio, C. Trigona, N. Dumas, L. Latorre and P. Nouet, Nonlinear mechanism in MEMS devices for energy harvesting applications, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 20 (2010) 125020 pp-12.
- [ANS09] M. Z. Ansari, C. Cho, Deflection, frequency, and stress characteristics of rectangular, triangular, and step profile microcantilevers for biosensors, *Sensors*, 9 (2009), pp 6046-6057.
- [BEA12] L.A. Beardslee, F. Josse, S.M. Heinrich, I. Dufour, O. Brand, Geometrical considerations for the design of liquid-phase biochemical sensors using a cantilever's fundamental in-plane mode, *Sensors and Actuators B*, 164 (2012), pp 7– 14.
- [BER02] C. Bergaud, E. Cocheteau, L. Bary, R. Plana, and B. Belier, Formation of implanted piezoresistors under 100-nm thick for nanoelectromechanical systems, *Proc. 15th IEEE Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.*, (2002), pp 360–363.
- [BIR13] B. A. Bircher, L. Duempelmann, K. Renggli, H. P. Lang, C. Gerber, N. Bruns, T. Braun, Real-time viscosity and mass density sensors requiring microliter sample volume based on nanomechanical resonators, *Analytical Chemistry*, 85 (2013), pp 8676–8683.
- [BON11] A. Bongrain, Nouvelles technologies de capteurs MEMS en diamant pour des applications de transduction, thèse de doctorat, 2011, Université Paris-Est.
- [CHI06] V. Chivukula, M. Wang, H. F. Ji, A. Khaliq, J. Fang, K. Varahramyan, Simulation of SiO<sub>2</sub>-based piezoresistive microcantilevers, *Sensors and Actuators: A*, 125 (2006), pp 526–533.
- [FAD11] L. Fadel-Taris, C. Ayela, F. Josse, S.M. Heinrich, D. Saya, O. Brand, I. Dufour , Influence of non-ideal clamping in microcantilever resonant frequency estimation, *FCS, Joint Conference of the IEEE International* (2011), pp 1-5.
- [GOE08] F. T. Goericke, W. P. King, Modeling piezoresistive microcantilever sensor response to surface stress for biochemical sensors, *IEEE Sensors Journal*, 8 (2008), pp 1404-1410.
- [GYS04] U. Gysin, S. Rast, P. Ruff and E. Meyer, Temperature dependence of the force sensitivity of silicon cantilevers, *Physical Review B*, 69 (2004), 045403 pp-6.
- [HOC12] H. Hocheng, W.H. Weng, J.H. Chang, Shape effects of micromechanical cantilever sensor, *Measurement*, 45 (2012), pp 2081–2088.
- [HOP10] M. A. Hopcroft, W. D. Nix and T. W. Kenny, What is the Young's modulus of silicon, *Journal of Microelectromechanical systems*, 19 (2010), pp 229-238.

- [LEE06] J. Lee, T. Beechem, T. L. Wright, B. A. Nelson, S. Graham and W. P. King, Electrical, thermal, and mechanical characterization of silicon microcantilever heaters, *Journal of Microelectromechanical systems*, 15 (2006), pp 1644-1655.
- [LEM13] E. Lemaire, B. Caillard, M. Youssry, I. Dufour, High-frequency viscoelastic measurements of fluids based on microcantilever sensing: New modeling and experimental issues, *Sensors and Actuators A*, 201 (2013), pp 230– 240.
- [LI09] X. Li, H. Yu, X. Gan, X. Xia, P. Xu, J. Li, M. Liu, and Y. Li, Integrated MEMS/NEMS Resonant Cantilevers for Ultrasensitive Biological Detection, *Journal of Sensors*, 2009 (2009), 637874 pp-10.
- [LOC05] F. Lochon, I. Dufour, D. Rebière, An alternative solution to improve sensitivity of resonant microcantilever chemical sensors: comparison between using high-order modes and reducing dimensions, 108 (2005), pp 979–985.
- [LOU08] A. Loui, F.T. Goerick, T.V. Ratto, J. Lee, B.R. Hart, W.P. King, The effect of piezoresistive microcantilever geometry on cantilever sensitivity during surface stress chemical sensing, *Sensors and Actuators A*, 147 (2008), pp 516–521.
- [MAA05] A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. C. Bouhacina, J.-P. Aimé, Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids, *Journal of Applied Physics*, 97 (2005), 074907 pp-6.
- [MOR06] S. Morshed, B. C. Prorok, Enhancing the sensitivity of microcantilever-based sensors via geometry modification, *Proc. SPIE 6223, Micro (MEMS) and Nanotechnologies for Space Applications*, 62230S (2006), pp1-9.
- [MUT09] M. S. K. Mutyala, D. Bandhanadham, L. Pan, V. R. Pendyala, H. F. Ji, Mechanical and electronic approaches to improve the sensitivity of microcantilever sensors, *Acta Mechanica Sinica*, 25 (2009), pp 1–12.
- [NAR09] M. Narducci, E. Figueras, M. J. Lopez, I. Gràcia, J. Santander, P. Ivanov, L. Fonseca, C. Cané, Sensitivity improvement of a microcantilever based mass sensor, *Microelectronic Engineering*, 86 (2009), pp 1187–1189.
- [PAR10] S. J. Park, J. C. Doll, A. J. Rastegar, B. L. Pruitt, Piezoresistive cantilever performance—Part II: Optimization, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19, (2010), pp 149-161.
- [RHO08] J. Rhoads, S. W. Shaw and K. L. Turner, Nonlinear dynamics and its applications in micro- and nanoresonators, *Journal of Dynamic Systems, Measurement and Control – Transactions of the ASME*, 132 (2010), 034001 pp-14.
- [ROS14] R. Rosario, R. Mutharasan, Piezoelectric excited millimeter sized cantilever sensors for measuring gas density changes, *Sensors and Actuators B*, 192 (2014), pp 99–104.
- [SAD98] J.E. Sader, Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope, *Journal of applied physics*, 84 (1998), pp 64-76.
- [SPA11] D. Sparks, R. Smith, J. Patel, N. Najafi, A MEMS-based low pressure, light gas density and binary concentration sensor, *Sensors and Actuators A*, 171 (2011), pp 159– 162.
- [SUB09] S. Subramanian, N. Gupta, Improved V-shaped microcantilever width profile for sensing applications, *Applied Physics*, 42 (2009), 185501.

- [TET10] S. Tétin, B. Caillard, F. Ménil, H. Debéda, C. Lucat, C. Pellet, I. Dufour, Modeling and performance of uncoated microcantilever-based chemical sensors, *Sensors and Actuators B* 143 (2010), pp 555–560.
- [TIM40] S. Timoshenko, *Strength of materials. Part I: Elementary theory and problems*, Second edition, Van Nostrand, New York, 1940.
- [VIL13] L. G. Villanueva, R. B. Karabalin, M. H. Matheny, D. Chi, J. E. Sader, M. L. Roukes, Non linearity in nanomechanical cantilevers, *Physical Review B*, 87 (2013), pp 024304-8.
- [WAU10] W. H. Waugh, A high-sensitivity resonant sensor realised through the exploitation of nonlinear dynamic behavior, Newcastle University, Ph.D thesis, (2010).
- [WAU11] W. H. Waugh, B. J. Gallacher and J. S. Burdess, A high-sensitivity resonant sensor realized through the exploitation of nonlinear dynamic behavior, *Measurement Science and Technology*, 22 (2011), 105202 pp-8.
- [WEB1] [http://www.supermagnete.fr/table\\_raw](http://www.supermagnete.fr/table_raw).
- [WEB2] <http://www.veeco.com/pdfs/webinar-slides/a-first-look-at-nt9080-webinar-slides-100408.pdf>
- [WEB3] Manuel du MSA-500, Micro System Analyzer, Polytec, [www.polytec.com](http://www.polytec.com)
- [YAN07] S.M. Yang, T.I. Yin, Design and analysis of piezoresistive microcantilever for surface stress measurement in biochemical sensor, *Sensors and Actuators: B*, 120 (2007), pp 736–744.
- [YOU09] M. I. Younis and F. Alsaleem, Exploration of new concepts for mass detection in electrostatically-actuated structures based on nonlinear phenomena, *Journal of Computational and Nonlinear Dynamics*, 4 (2009), 021010 pp-15.
- [YU02] X. Yu, J. Thaysen, O. Hansen, A. Boisen, Optimization of sensitivity and noise in piezoresistive cantilevers, *Journal of Applied Physics*, 92 (2002), pp 6296-6301.
- [ZHA14] L. Zhao, L. Xu, G. Zhang, Z. Jiang, Y. Zhao, J. Wang, X. Wang, Z. Liu, In-situ measurement of fluid density rapidly using a vibrating piezoresistive microcantilever sensor without resonance occurring, *IEEE Sensors Journal*, 14 (2014), pp 645-650.





***Chapitre 4 : Influence des  
paramètres environnementaux et  
autres utilisations possibles des  
micropoutres pour la détection  
d'hydrogène***





## ***SOMMAIRE***

4.1	Introduction.....	144
4.2	Motivations .....	144
4.3	Influence de la température sur le comportement d'une micropoutre résonante .....	145
4.3.1	Méthodes de compensation des effets de la température .....	146
4.3.2	Effets dus aux modifications mécaniques de la structure.....	147
4.3.3	Effets dus aux modifications des propriétés physiques du gaz environnant .....	148
4.3.4	Caractérisation en température .....	148
4.3.4.1	Présentation du banc expérimental .....	150
4.3.4.2	Analyse des résultats.....	152
4.3.5	Conclusion .....	154
4.4	Influence des autres paramètres physiques .....	154
4.4.1	Réalisation d'une station météo et d'un circuit oscillateur .....	155
4.4.1.1	Station météo gaz.....	155
4.4.1.2	Circuit oscillateur .....	155
4.4.2	Variation de la pression atmosphérique .....	157
4.4.3	Variation du débit .....	158
4.4.4	Conclusion .....	160
4.5	Amélioration de la sensibilité : second lot de micropoutres .....	161
4.5.1	Conception et dimensionnement .....	161
4.5.1.1	Géométries parallélépipédiques et trapézoïdales.....	161
4.5.1.2	Concentration des contraintes mécaniques.....	164
4.5.2	Procédé de fabrication du Lot n°2 et fonctionnalisation au palladium .....	164
4.5.3	Analyse de la sensibilité des poutres sans couche sensible .....	166
4.5.3.1	Influence de la géométrie et de la longueur des structures.....	166
4.5.3.2	Influence de la taille des structures.....	170
4.5.3.3	Investigation du deuxième mode de résonance .....	173
4.5.3.4	Bilan des performances des micropoutres sans couche sensible du Lot n°2 .....	176
4.5.4	Etude préliminaire des micropoutres fonctionnalisées au palladium.....	177
4.5.4.1	Analyse de la sensibilité de micropoutres fonctionnalisées avec du palladium .....	178
4.5.4.2	Analyse de la sélectivité et estimation des temps de réponse.....	181
4.5.4.3	Bilan des performances des micropoutres avec Pd du Lot n°2 .....	182

4.6	Mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité du gaz en vue d'une identification de l'hydrogène .....	183
4.6.1	Vérification du modèle de Sader pour l'estimation de la fréquence propre et du facteur de qualité 184	
4.6.2	Méthode d'étalonnage pour la mesure de la masse volumique et de la viscosité de gaz .	188
4.6.3	Conclusion .....	190
4.7	Conclusion .....	191
4.8	Bibliographie .....	192



## 4.1 Introduction

Dans ce dernier chapitre, une étude de l'influence des paramètres environnementaux sur le comportement des micropoutres résonantes est effectuée. D'autre part, l'optimisation de la sensibilité des micropoutres vis-à-vis de la masse volumique effectuée dans le chapitre 3 a permis de déterminer des critères de dimensionnement pour l'amélioration de la sensibilité. Ces critères ont été pris en compte pour le dimensionnement de nouvelles structures dont la conception, la fabrication et la caractérisation sont présentées dans ce chapitre. D'autres micropoutres fonctionnalisées au palladium sont aussi étudiées afin d'investiguer leurs performances notamment en terme de sensibilité et de sélectivité. Enfin, une mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité du gaz en utilisant une micropoutre résonante est exposée à la fin de ce chapitre.

## 4.2 Motivations

Les micropoutres résonantes sont très sensibles aux paramètres physiques de l'environnement en raison de leur grand rapport surface sur volume. Comme nous l'avons déjà vu dans les chapitres 1 et 3, le comportement des micropoutres résonantes est dépendant des propriétés physiques du gaz environnant, mais surtout de la masse volumique du gaz. Par ailleurs, le module d'Young définissant l'élasticité des micropoutres est dépendant de la température. Par exemple, les structures résonantes fabriquées en silicium (Si) ou en dioxyde du silicium ( $\text{SiO}_2$ ) ont, respectivement, des coefficients de température du module d'Young négatif et positif ( $\text{ppm.K}^{-1}$ ) [SAN05, LEE08]. En règle générale, les effets de la température sur la variation de la fréquence de résonance causée par la variation de la masse volumique du matériau ainsi que par celle des dimensions des micropoutres sont négligeables devant la variation due aux modifications du module d'Young. Par conséquent, pour une variation positive de la température, une micropoutre résonant dans le vide (pas de fluide environnant) verra sa fréquence de résonance diminuer dans le cas d'une poutre en silicium et augmenter dans le cas d'une poutre en dioxyde de silicium. Il est donc extrêmement important de connaître l'effet de la température sur les propriétés mécaniques des micropoutres afin de pouvoir les compenser dans les applications de détections physiques, chimiques ou biologiques.

Par ailleurs, nous avons montré que les micropoutres parallélépipédiques larges et courtes ont les meilleures sensibilités vis-à-vis de la variation de la masse volumique du gaz. Conformément à ces résultats, nous attendons une amélioration de cette sensibilité en dimensionnant des micropoutres plus larges que longues (structures qui n'existaient pas dans le premier lot de fabrication étudié au chapitre 3). De plus, puisque l'épaisseur n'a pas d'influence sur la sensibilité, l'augmenter permet d'améliorer le facteur de qualité qui est un paramètre clé dans la stabilité (fluctuation de la fréquence de résonance) des résonateurs. Cependant, augmenter l'épaisseur conduit aussi à l'augmentation de la rigidité des structures et donc des forces nécessaires à leur actionnement. Le risque que présente cette démarche est que les forces d'excitation pouvant être générées (courant d'actionnement) sans provoquer la surchauffe des structures ne soient pas suffisantes pour générer des déplacements mesurables par les jauges de déformation (piézorésistances proches de l'encastrement). Il est donc important, d'une part d'assurer un bon facteur de qualité et d'autre part de faciliter la mise en vibration des structures.

Nous avons vu dans le premier chapitre qu'une micropoutre peut très bien être fonctionnalisée avec une couche sensible en vue d'une détection sélective d'hydrogène (partie 1.4.1.1-2). L'intérêt majeur d'une telle opération est d'augmenter la sensibilité du capteur, mais surtout d'assurer sa sélectivité. Nous avons voulu tester les performances de structures fonctionnalisées avec du palladium.

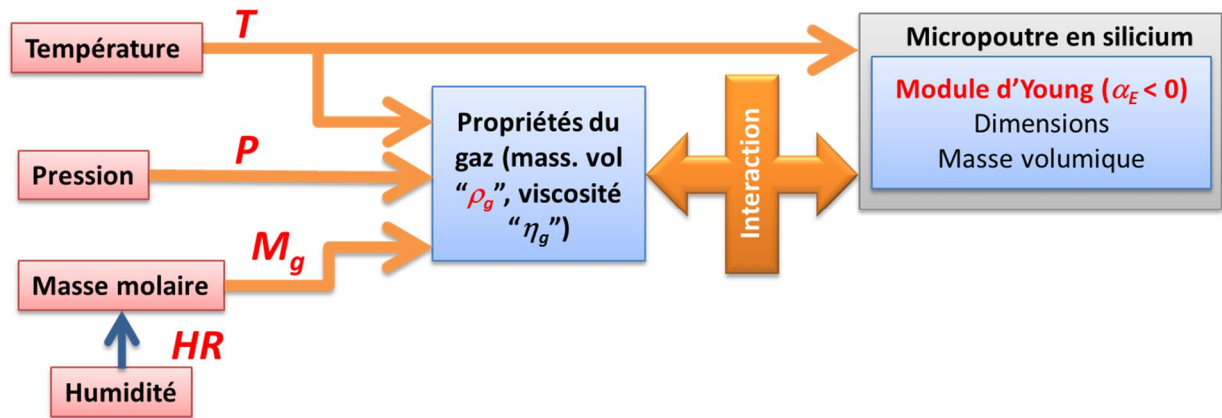
Les micropoutres résonantes sont très répandues dans la littérature des capteurs de masse volumique et de viscosité en milieu liquide [HEI14, BIR13, YOU11]. La particularité des liquides est qu'ils présentent de relativement grandes variations de la masse volumique et de la viscosité notamment en fonction de la composition du liquide. En revanche, dans les conditions atmosphériques, les gaz ne présentent que quelques  $\text{g.l}^{-1}$  de masse volumique et que quelques  $\mu\text{Pa.s}$  de viscosité. La mesure de ce dernier paramètre dans le milieu gazeux reste toujours un défi majeur pour les chercheurs et les concepteurs de capteurs. Néanmoins, certains viscosimètres de gaz existent dans le commerce, mais leurs performances restent encore peu satisfaisantes. Par exemple, le VISCOpvt de Cambridge University Inc, à base d'un piston, a une étendue de mesure allant seulement de  $0.1\text{mPa.s}$  à  $1\text{mPa.s}$  avec une précision de 1% [VIS07]. En raison de l'amélioration de la sensibilité des micropoutres dans ces travaux de thèse, la mesure des variations de la fréquence de résonance et du facteur de qualité peut permettre la mesure simultanée des variations de la masse volumique et de la viscosité d'un mélange gazeux. Cette démarche permet bien entendu la mesure de la viscosité des gaz dans les conditions atmosphériques, mais aussi de faire une mesure multi-paramètres en vue de la reconnaissance (identification) de l'hydrogène dans l'azote.

### 4.3 Influence de la température sur le comportement d'une micropoutre résonante

Les fréquences de résonances des micropoutres dans le vide sont caractérisées par leurs dimensions, le module d'Young ainsi que la masse volumique du matériau constituant la structure (silicium ou ses dérivés en général). Ces propriétés ne peuvent être influencées, *a priori*, que par la température.

D'autre part, si elles ne sont pas dans le vide, les micropoutres sont en interaction permanente avec leur environnement (le gaz dans le cas de notre étude). Les propriétés des gaz influençant la fréquence de résonance des micropoutres sont leur masse volumique et leur viscosité. Contrairement aux propriétés mécaniques des micropoutres, la masse volumique et la viscosité des gaz dépendent à la fois de la température, de la pression ainsi que de la masse molaire du gaz. Cette dernière est un paramètre clé dans la détection chimique par la mesure physique. En d'autres termes, la masse molaire recèle une information sur la composition des mélanges de gaz binaires. Par exemple, en raison de la très faible masse molaire de l'hydrogène par rapport à celle de l'azote ou de l'air ( $M_{\text{H}_2} = 2.02\text{g.mol}^{-1}$ ,  $M_{\text{N}_2} = 28.02\text{g.mol}^{-1}$ ,  $M_{\text{air}} = 28.96\text{g.mol}^{-1}$  à  $P = 1\text{atm}$  et  $T = 25^\circ\text{C}$ ) et à température et à pression connues, la mesure de la masse volumique permet de déduire la masse molaire et donc la concentration de  $\text{H}_2$  dans le gaz.

La Fig.4.1 résume l'interaction entre une micropoutre et son environnement. Par rapport à ce qui vient d'être listé, ce schéma fait aussi apparaître l'humidité relative qui modifie principalement la masse molaire du gaz.



**Figure 4.1:** Interaction micropoutre-environnement et influence de la température, de la pression, de la masse molaire et de l'humidité.

Dans cette partie, nous allons d'abord présenter les méthodes de compensation de température les plus connues dans les résonateurs. Ensuite, une étude théorique sur l'influence de la température sur les propriétés mécaniques des micropoutres et sur les propriétés physiques des gaz est présentée. Les résultats de cette étude ont été pris en compte pour mettre en place un banc de caractérisation thermique permettant de chauffer à une température choisie à la fois le gaz et les micropoutres. Enfin, l'analyse des résultats a permis de dissocier les différents effets de la température sur le comportement des micropoutres étudiées.

#### 4.3.1 Méthodes de compensation des effets de la température

L'une des méthodes les plus utilisées pour la compensation de la température et des effets environnementaux en général est la mesure différentielle utilisant un résonateur de référence [QUE05, TAN11]. Dans le cas des micropoutres fonctionnalisées, cela consiste à utiliser une autre micropoutre identique mais sans couche sensible. Les effets indésirables auront quasiment les mêmes effets sur la micropoutre fonctionnalisée que sur celle non fonctionnalisée. Il suffit donc de faire une soustraction entre les réponses des deux résonateurs pour ne garder que l'effet de la variation de la masse sur la structure fonctionnalisée.

Une autre approche souvent utilisée pour la compensation de la température est la compensation active qui consiste à maintenir le résonateur à une température constante en le chauffant [SUN07, SAL10] ou en le refroidissant [BAY13]. Une autre méthode basée sur le traitement de deux modes de résonance a aussi été rapportée dans la littérature. Cette technique exploite deux modes de résonance n'ayant pas les mêmes coefficients de température [VER96, AZE08] et offre l'avantage de pouvoir mesurer la température avec un seul résonateur qui joue à la fois le rôle de thermomètre et de microbalance dans le cas d'une détection de masse. Comme le comportement thermique est différent pour chaque résonateur, les méthodes de compensation actives ou par exploitation de deux modes de résonance nécessitent une calibration, ce qui constitue la contrainte majeure de ces deux méthodes de compensation. De plus, Naeli *et al.* [NAE09] ont aussi proposé une méthode basée sur l'exploitation de deux modes de résonance afin d'éliminer les effets environnementaux sur la réponse d'une micropoutre partiellement fonctionnalisée. Le principe de fonctionnement est très simple, il suffit de faire une soustraction entre des variations relatives de deux fréquences de deux modes de résonance. L'avantage de cette méthode est qu'elle ne nécessite aucune calibration préalable.

Par ailleurs, comme le silicium a un coefficient de température du module d'Young relativement important ( $\alpha_E = -60\text{ppm.K}^{-1}$ ) et qu'il est le choix de prédilection dans la fabrication des MEMS résonants (pour ses propriétés mécaniques mais surtout pour sa compatibilité avec la technologie microélectronique), plusieurs travaux de recherche ont tenté de diminuer sa sensibilité à la température. L'utilisation de dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) a été suggérée [SHE01, SAN05] en raison de son  $\alpha_E$  positif. En effet, les matériaux composites en Si- $\text{SiO}_2$  rapportés dans la littérature ont montré de bonnes immunités à la température [MEL07, TAB13] comparables à celle des résonateurs à quartz. Une autre technique encore plus efficace consistant à modifier les propriétés thermiques du silicium en le dopant au bore a été montrée par Ashwin *et al.* [ASH09]. Les auteurs ont réussi à réduire le coefficient de température du module d'Young ( $\alpha_E$ ) à  $-3\text{ppm.K}^{-1}$ . Plus récemment, une autre technique originale basée sur la modification des contraintes mécaniques aux encastrements d'un micropont résonant a été proposée par Hou *et al.* [HOU14]. Grâce à cette technique, les auteurs ont réussi à réduire la dépendance de la fréquence de résonance à la température en dessous du  $\text{ppm.K}^{-1}$ .

Dans le cas de nos travaux de recherche, les micropoutres en silicium sans couche sensible opèrent dans un milieu gazeux et la température a des effets à la fois sur les propriétés du gaz et sur celles des micropoutres, comme le montre la Fig.4.1. La mesure des propriétés physiques du gaz nécessite donc une compensation de l'effet de la température sur les propriétés mécaniques de la micropoutre. Cependant, pour y parvenir, la connaissance du comportement thermique de chaque micropoutre est nécessaire et c'est cet aspect qui est abordé dans la suite de cette partie 4.3.

#### 4.3.2 Effets dus aux modifications mécaniques de la structure

A partir de l'expression de la fréquence de résonance dans le vide exprimée dans l'Eq.1.4, la variation relative de la fréquence propre dans le vide peut s'écrire :

$$\frac{df_{0,\text{vide}}}{f_{0,\text{vide}}} = \frac{dh}{h} - 2\frac{dL}{L} - \frac{1}{2}\frac{d\rho}{\rho} + \frac{1}{2}\frac{dE}{E} \quad (4.1)$$

Les variations de la fréquence propre dans le vide sont dues à la variation de la température et l'Eq.4.1 peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{df_{0,\text{vide}}}{f_{0,\text{vide}}} = \frac{\alpha + \alpha_E}{2} dT \quad (4.2)$$

Où  $\alpha$  et  $\alpha_E$  sont respectivement le coefficient de dilatation thermique du matériau et le coefficient de température du module d'Young, tels que :

$$\alpha = \frac{dL}{LdT} = \frac{db}{bdT} = \frac{dh}{hdT} = -\frac{d\rho}{3\rho dT} \quad (4.3.a)$$

$$\alpha_E = \frac{dE}{EdT} \quad (4.3.b)$$

Dans le cas des poutres en silicium, plusieurs études [GYS04, SAN05, LEE08] ont montré que l'effet de la dilatation thermique sur les dimensions  $b$ ,  $L$  et  $h$  (et par conséquent, la variation de la masse



volumique de la poutre,  $\rho$ ) est négligeable devant l'effet de la variation du module d'Young ( $\alpha \approx 2.6\text{ppm.K}^{-1}$  et  $\alpha_E \approx -60\text{ppm.K}^{-1}$ ). Dans ces conditions, l'Eq.4.2 peut se simplifier en :

$$\frac{df_{0,vide}}{f_{0,vide}} = \frac{\alpha_E}{2} dT \quad (4.4)$$

### 4.3.3 Effets dus aux modifications des propriétés physiques du gaz environnant

Dans le cas d'une poutre dont la largeur est très supérieure à l'épaisseur du gaz qu'elle déplace ( $b \gg \delta$ , Eq.1.25), l'effet de la viscosité du gaz devient négligeable devant l'effet de la masse volumique. L'expression de la variation relative de la fréquence propre dans le gaz (Eq.1.37) devient :

$$\frac{df_0}{f_0} \approx -a_0 \frac{\pi b}{8\rho h} d\rho_g \quad (4.5)$$

A partir de la loi des gaz parfait, on peut écrire :

$$\rho_g = \frac{PM_g}{RT} \quad (4.6)$$

Tels que  $P$ ,  $M_g$  et  $T$  sont respectivement la pression (Pa), la masse molaire ( $\text{kg.mol}^{-1}$ ) et la température (K) du gaz et  $R = 8.314\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$  est la constante des gaz parfaits.

La variation relative de la masse volumique du gaz autour d'un point de fonctionnement  $T$  s'écrit :

$$\frac{d\rho_g}{\rho_g} = \frac{dP}{P} + \frac{dM_g}{M_g} - \frac{dT}{T} \quad (4.7)$$

En remplaçant cette relation dans l'Eq.4.5, on peut exprimer la variation relative de la fréquence propre en faisant apparaître les différents paramètres environnementaux faisant varier la masse volumique du gaz :

$$\frac{df_0}{f_0} = -a_0 \frac{\pi\rho_g b}{8\rho h} \left( \frac{dM_g}{M_g} + \frac{dP}{P} - \frac{dT}{T} \right) \quad (4.8)$$

### 4.3.4 Caractérisation en température

Dans les deux parties précédentes, nous avons étudié séparément l'effet de la température sur les propriétés mécaniques des micropoutres en silicium et nous avons aussi fait apparaître les différents paramètres intervenant sur la masse volumique des gaz (donc sur la fréquence propre des micropoutres en présence de gaz), dont la température du gaz. De façon générale, le comportement des micropoutres résonantes est la superposition de l'effet de la température sur leurs propriétés mécaniques (principalement le module d'Young) ainsi que de l'effet des paramètres environnementaux ( $T$ ,  $P$  et  $M_g$ ) sur la masse volumique du gaz.

L'expression de la variation relative de la fréquence propre prenant en compte tous ces effets peut donc s'écrire :

$$\frac{df_0}{f_0} \approx \frac{\alpha_E}{2} dT - a_0 \frac{\pi}{8\rho} \frac{b}{h} d\rho_g = \frac{\alpha_E}{2} dT - a_0 \frac{\pi\rho_g}{8\rho} \frac{b}{h} \left( \frac{dM_g}{M_g} + \frac{dP}{P} - \frac{dT}{T} \right) \quad (4.9)$$

Si l'on considère que la **pression est constante**, trois cas de figures peuvent se présenter :

- **Cas 1 :** Mesures à  $T = \text{constante}$  et variation de la composition du gaz ( $M_g$ )

$$\left. \frac{df_0}{f_0} \right|_T = -\frac{a_0}{8} \frac{\pi}{\rho} \frac{b}{h} d\rho_g = -a_0 \frac{\pi\rho_g}{8\rho} \frac{b}{h} \frac{dM_g}{M_g} = -a_0 \frac{\pi}{8\rho} \frac{b}{h} \frac{P}{RT} dM_g \quad (4.10.a)$$

D'où :

$$\left. \frac{df_0}{d\rho_g} \right|_T = \frac{M_g}{\rho_g} \left. \frac{df_0}{dM_g} \right|_T = -\frac{a_0}{8} \frac{\pi}{\rho} \frac{b}{h} f_0 \quad (4.10.b)$$

**Remarque :** Il faut garder à l'esprit que la pente n'est pas forcément celle-ci dans le cas où on ne peut pas considérer que  $\delta b \ll 1$  (voir Eq. 1.37).

- **Cas 2 :** Mesures à  $M_g = \text{constante}$  mais à température variable ( $T$ )

$$\left. \frac{df_0}{f_0} \right|_{M_g} = \frac{\alpha_E}{2} dT + a_0 \frac{\pi\rho_g}{8\rho} \frac{b}{h} \frac{dT}{T} \quad (4.11.a)$$

D'où :

$$\left. \frac{df_0}{dT} \right|_{M_g} = \frac{\alpha_E}{2} f_0 + a_0 \frac{\pi\rho_g}{8\rho} \frac{b}{h} \frac{1}{T} f_0 = \frac{\alpha_E}{2} f_0 - \frac{\rho_g}{T} \left. \frac{df_0}{d\rho_g} \right|_T = \frac{\alpha_E}{2} f_0 - \frac{PM_g}{RT^2} \left. \frac{df_0}{d\rho_g} \right|_T \quad (4.11.b)$$

- **Cas 3 :** Mesures avec composition du gaz ( $M_g$ ) et température ( $T$ ) variables

$$df_0 = \left. \frac{df_0}{dT} \right|_{M_g} dT + \left. \frac{df_0}{dM_g} \right|_T dM_g = \left. \frac{df_0}{dT} \right|_{M_g} dT + \frac{P}{RT} \left. \frac{df_0}{d\rho_g} \right|_T dM_g \quad (4.12)$$

Pour réaliser une mesure de la variation de la masse molaire du gaz (afin de connaître la concentration d'un mélange binaire), il est impératif de compenser à la fois l'effet de la température sur la micropoutre et sur la masse volumique du gaz. Pour cela, il faut donc connaître le comportement thermique de chaque microstructure. Afin d'y parvenir, la réalisation d'une mesure dans le premier cas (*cas 1* : température fixe et modification de la masse molaire du gaz environnant) permet de connaître la sensibilité de la micropoutre vis-à-vis de la masse molaire (Eq. 4.10.b). Cette expérience revient à faire exactement ce que l'on a fait jusqu'ici, à savoir, la mesure de la concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  à température et à pression constantes (ex. parties 3.5.2-3). Ceci signifie que les sensibilités vis-à-vis de la masse volumique, mesurées précédemment pour chaque micropoutre, correspondent aussi à un facteur près aux sensibilités vis-à-vis de la masse molaire (Eq. 4.10.b et Eq. 3.4). D'autre part, effectuer une

mesure dans le second cas (*cas 2* : masse molaire fixe et modification de la température) permet de déterminer le comportement thermique des micropoutres qui dépend à la fois de la variation du module d'Young ( $\alpha_E$ ) exprimée dans le premier terme de l'Eq.4.11.b et de la variation de la masse volumique due à la température, exprimée dans le second terme de l'équation. Ce dernier terme correspond à un facteur près à la sensibilité vis-à-vis de la masse volumique à température fixée (Eq.4.10.b).

Par conséquent, disposant des mesures faites dans le premier et dans le second cas, on peut donc déduire l'influence de la température sur le module d'Young du matériau constituant les micropoutres, en faisant une simple combinaison entre l'Eq.4.11.b et l'Eq.4.10.b :

$$\alpha_E = \frac{2}{f_0} \left( \left. \frac{df_0}{dT} \right|_{M_g} + \frac{PM_g}{RT^2} \left. \frac{df_0}{d\rho_g} \right|_T \right) \quad (4.13)$$

Si l'on effectue des mesures de détection sans régulation de température du gaz et de la poutre alors il s'agit du troisième cas (*cas 3* : masse molaire et température variables). En mesurant la température  $T$ , il est alors possible de s'affranchir de ses variations, à condition d'avoir fait les mesures dans le *cas 1* et *cas 2* pour connaître les deux dérivées partielles (Eq.4.12) et donc déterminer la variation de la masse molaire du gaz qui est bien l'image de la composition d'un mélange binaire. De plus l'équation du *cas 3* permet de voir que la correction en température sera d'autant moins nécessaire que le premier terme sera petit et que la sensibilité du capteur sera d'autant plus grande (second terme).

La méthode expérimentale présentée dans cette partie permet de déterminer la contribution des paramètres mécaniques des micropoutres dans la variation de la fréquence due à la température. En outre, cette méthode prend aussi en compte l'effet des paramètres physiques du gaz (masse volumique) qui participent à la variation de la fréquence de résonance des micropoutres en milieu gazeux. En fait, dans le *cas 2* (mesure à gaz fixé mais à température variable), deux termes sont en concurrence pour la variation de la fréquence de résonance en fonction de la température (Eq.4.11.b) : suivant la géométrie des micropoutres, la masse molaire du gaz et les conditions de température et de pression, un terme ou l'autre peut dominer et ainsi, la fréquence de résonance peut soit augmenter soit diminuer lorsque la température augmente, ce qui n'a jamais été rapporté dans la littérature à la connaissance de l'auteur. De plus, il est tout à fait envisageable de diminuer l'impact de la température sur les variations thermique de la fréquence de résonance dues aux variations du module d'Young en augmentant la pression et/ou en diminuant la température de fonctionnement (Eq.4.11.b). Cette démarche permettra de rendre les micropoutres plus sensibles à la variation de la masse volumique qu'à la variation du module d'Young due à la température (le deuxième terme de l'Eq.4.11.b domine le premier).

Dans la suite de cette partie 4.3, un banc expérimental permettant de réaliser les caractérisations thermiques des micropoutres est présenté ainsi que les résultats des mesures.

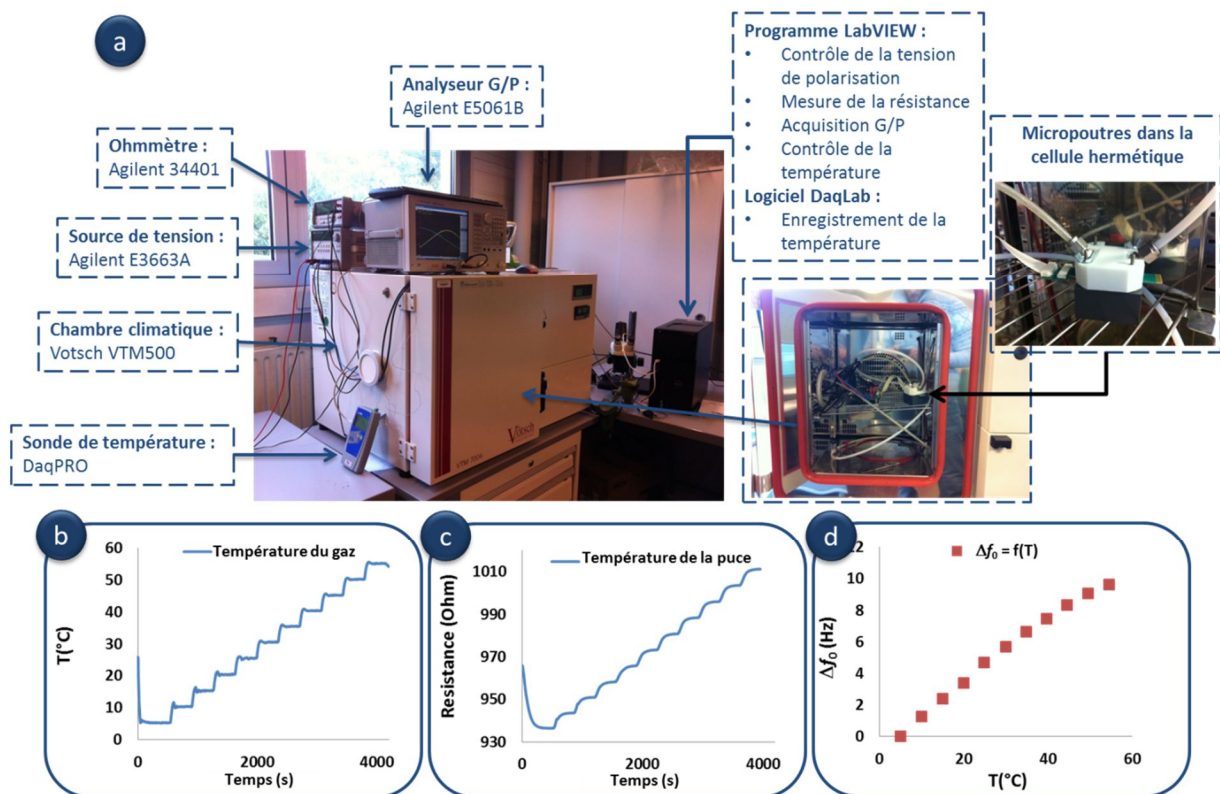
#### 4.3.4.1 Présentation du banc expérimental

Afin de pouvoir déterminer l'influence de la température sur les fréquences de résonance des microstructures, un banc de caractérisation thermique a été mis en place. La pièce maîtresse de ce système est une chambre climatique Votsch VTM 7004 [WEB4] permettant de contrôler la température sur une plage allant de  $-70^{\circ}\text{C}$  à  $180^{\circ}\text{C}$ . Cet appareil présente deux avantages majeurs pour cette application, le premier est l'assurance de la stabilité de la température et le second est la capacité de contrôler à la fois la température des micropoutres et du gaz en provenance de la ligne à gaz. Ce dernier

critère est crucial pour l'application de l'Eq.4.11 qui considère que la puce et le gaz ont la même température.

La Fig.4.2 montre le banc expérimental réalisé. En plus de de la chambre climatique, le banc contient un analyseur de gain/phase pour la mesure des spectres de résonance, une source de tension pour la polarisation des demi-ponts piézorésistifs, une sonde pour suivre l'évolution de la température de la chambre climatique et enfin, un ohmmètre pour suivre l'évolution d'une résistance dans la puce, image de la température de celle-ci. Les commandes de la chambre climatique (séquence et palier de température) et de la source de tension ( $\pm E$ ) ainsi que l'acquisition des spectres, de la température et de la résistance sont toutes automatisées par un programme *LabVIEW* développé pour cet effet.

Pour faire en sorte que la micropoutre ait la même température que le flux de gaz, environ 1.5m de tube en téflon est enroulé dans la chambre à côté de la cellule étanche contenant la puce, comme illustré sur la Fig.4.2. Cette dernière montre aussi un exemple de mesure réalisée avec une micropoutre A2\_5 $\mu$ , où la Fig.4.2.b montre l'évolution de la température de la chambre climatique (5-55°C), la Fig.4.2.c montre la variation d'une résistance d'une autre poutre sur la même puce que la poutre A2\_5 $\mu$ m (image de la température de la puce et donc des poutres) et la Fig.4.2.d montre la variation de la fréquence propre en fonction de la température.



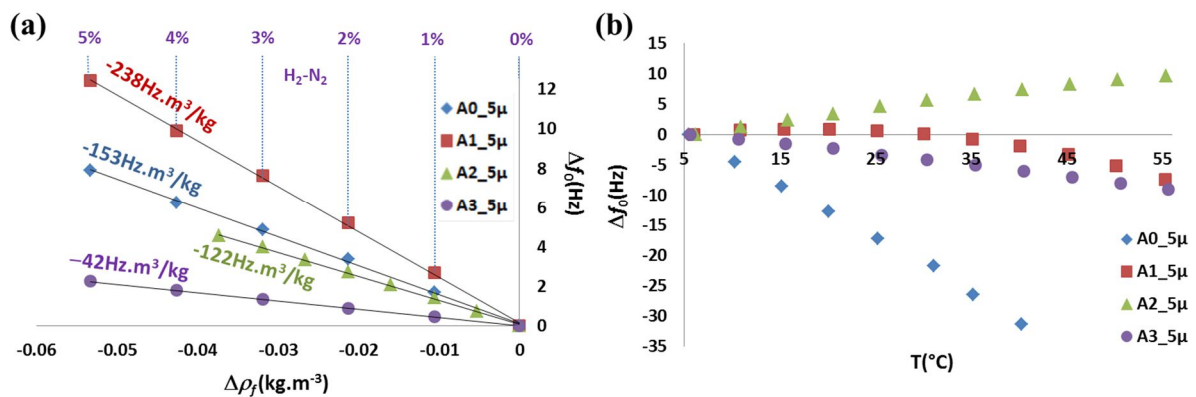
**Figure 4.2:** Présentation du banc de caractérisation thermique composé d'un analyseur de gain/phase, d'une source de tension pour la polarisation des piézorésistances, d'un ohmmètre, d'une chambre climatique (Votsch VTM 7004) et d'une sonde de température. L'ensemble de cette installation est pilotée par un programme *LabVIEW* sur un PC connecté aux différents appareils. La cellule hermétique contenant la puce est placée à l'intérieur de la chambre climatique.

L'objectif de cette étude est principalement la détermination de l'influence de la température sur la fréquence de résonance des structures en menant deux types d'expériences à pression atmosphérique considérée comme étant constante ( $P \approx 1\text{atm}$ ). La première expérience consiste à maintenir une température constante pour ne mesurer que l'influence de la masse volumique du gaz et ce, en faisant varier la concentration d'hydrogène ( $\text{H}_2$ ) dans l'azote ( $\text{N}_2$ ) (*cas 1* et *Eq.4.10.b*). La seconde consiste à chauffer à la fois la micropoutre et le flux gazeux d'azote pur (*cas 2* et *Eq.4.11.b*).

#### 4.3.4.2 Analyse des résultats

Dans cette partie, quatre microstructures ont été caractérisées, il s'agit des micropoutres A0\_5 $\mu\text{m}$ , A1\_5 $\mu\text{m}$ , A2\_5 $\mu\text{m}$  et A3\_5 $\mu\text{m}$ . Les résultats de mesure de la fréquence de résonance dans les cas 1 et 2 sont présentés sur la *Fig.4.3*. Celle-ci montre les réponses des micropoutres vis-à-vis des variations de la masse volumique dues, soit à la variation de la concentration de  $\text{H}_2$  dans  $\text{N}_2$  (*cas 1* : 0%-5%,  $P = 1\text{atm}$  et  $T \approx 25^\circ\text{C}$ , *Fig.4.3.a*), c'est-à-dire de la masse molaire ( $M_g$ ), soit à la variation de la température du milieu (*cas 2* :  $5^\circ\text{C}$ - $55^\circ\text{C}$ ,  $M_g = M_{\text{N}_2} = 28\text{g/mol}$  et  $P = 1\text{atm}$ , *Fig.4.3.b*).

On remarque que les droites de la *Fig.4.3.a* présentent quasiment les mêmes pentes que celle de la partie 3.5.3.2. Quant à la *Fig.4.3.b*, on remarque que les caractéristiques  $\Delta f_0 = f(T)$  ne sont pas linéaires, à cause du fait que la masse volumique est inversement proportionnelle à la température (*Eq.4.6* et *Eq.4.11.b*). On remarque aussi que sur la gamme de température  $5^\circ\text{C}$ - $55^\circ\text{C}$ , la structure A2\_5 $\mu$  (*Fig.4.3.b*), présente une plus grande sensibilité à la variation de la masse volumique qu'à la variation du module d'Young (augmentation de  $f_0$  lorsque  $T$  augmente). Le même constat peut être aussi établi pour la poutre A1\_5 $\mu$  (*Fig. 4.3.b*) sur la gamme  $5^\circ\text{C}$ - $15^\circ\text{C}$ , tandis que les autres structures ont toutes un effet de variation du module d'Young dominant sur la gamme de température  $5$ - $55^\circ\text{C}$ . Ce résultat confirme bien le fait que l'effet de la variation du module d'Young de la poutre est en concurrence avec l'effet de la variation de la masse volumique du gaz et que ceci dépend de la géométrie de la poutre et de la température (*Eq.4.11.b*). A noter aussi que la poutre A1\_5 $\mu\text{m}$  est la moins sensible aux variations de température (donc plus adaptée pour la mesure des variations de la masse molaire), la poutre A2\_5 $\mu\text{m}$  est la plus sensible à la variation de la masse volumique due à la variation de la température et enfin la poutre A0\_5 $\mu\text{m}$  est la plus sensible à la variation du module d'Young avec la température (donc plus adaptée pour la mesure de la température). Par conséquent, la structure A1\_5 $\mu$  est la plus adaptée pour l'application, car elle est la plus sensible à la variation de la masse molaire (*cas 1*, *Fig.4.3.a*) et la moins sensible à la variation de la température (*cas 2*, *Fig.4.3.b*). En effet, dans le *cas 3*, le premier terme de l'*Eq.4.12* est quasiment nul et le second est le plus grand parmi toutes les structures testées.



**Figure 4.3 :** Cas 1 (a) : variation de la fréquence propre en fonction de la variation de la masse volumique due aux changements de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> à température et à pression constantes ( $P = 1 \text{ atm}$  et  $T \approx 25^\circ\text{C}$ ). Cas 2 (b) : variation de la fréquence propre en fonction de la température de N<sub>2</sub> et des micropoutres A0\_5μ, A1\_5μ, A2\_5μ et A3\_5μ allant de 5°C à 55°C à pression constante et à gaz fixé ( $P = 1 \text{ atm}$ ,  $M_g = M_{N_2}$ ).

**Tableau 4.1 :** Caractéristiques des micropoutres mesurées à  $P = 1 \text{ atm}$  et à  $T \approx 25^\circ\text{C}$ .

Spécimens	$f_0$ (Hz)	$\left. \frac{df_0}{d\rho_g} \right _{T=25^\circ\text{C}}$ (Hz.m <sup>3</sup> .kg <sup>-1</sup> )	$\left. \frac{df_0}{dT} \right _{M_g}$ (25°C) (mHz.K <sup>-1</sup> )	$\alpha_E$ (ppm.K <sup>-1</sup> )
A0_5μ	41296	-153	-868	-71
A1_5μ	27074	-238	-71	-74
A2_5μ	7077	-122	263	-61
A3_5μ	1697	-42	-210	-442

Le Tab.4.1 montre les valeurs des sensibilités vis-à-vis de la masse volumique à  $T = 25^\circ\text{C}$  et vis-à-vis de la température de différentes micropoutres An\_5μm ( $n = 0, 1, 2$  et 3) autour de  $25^\circ\text{C}$ . Les valeurs de  $\alpha_E$  déduites (Eq.4.13) autour de ce point de fonctionnement sont très proches des valeurs classiques du coefficient de température du module d'Young ( $-60 \text{ ppm.K}^{-1}$ ), à l'exception de la micropoutre A3\_5μm.

Une autre façon d'évaluer  $\alpha_E$  est d'utiliser toute la plage de fonctionnement considérée (de  $5^\circ\text{C}$  jusqu'à  $55^\circ\text{C}$ ) et de faire un fit des courbes de la Fig.4.3.b avec l'Eq.4.11.a qui peut s'écrire :

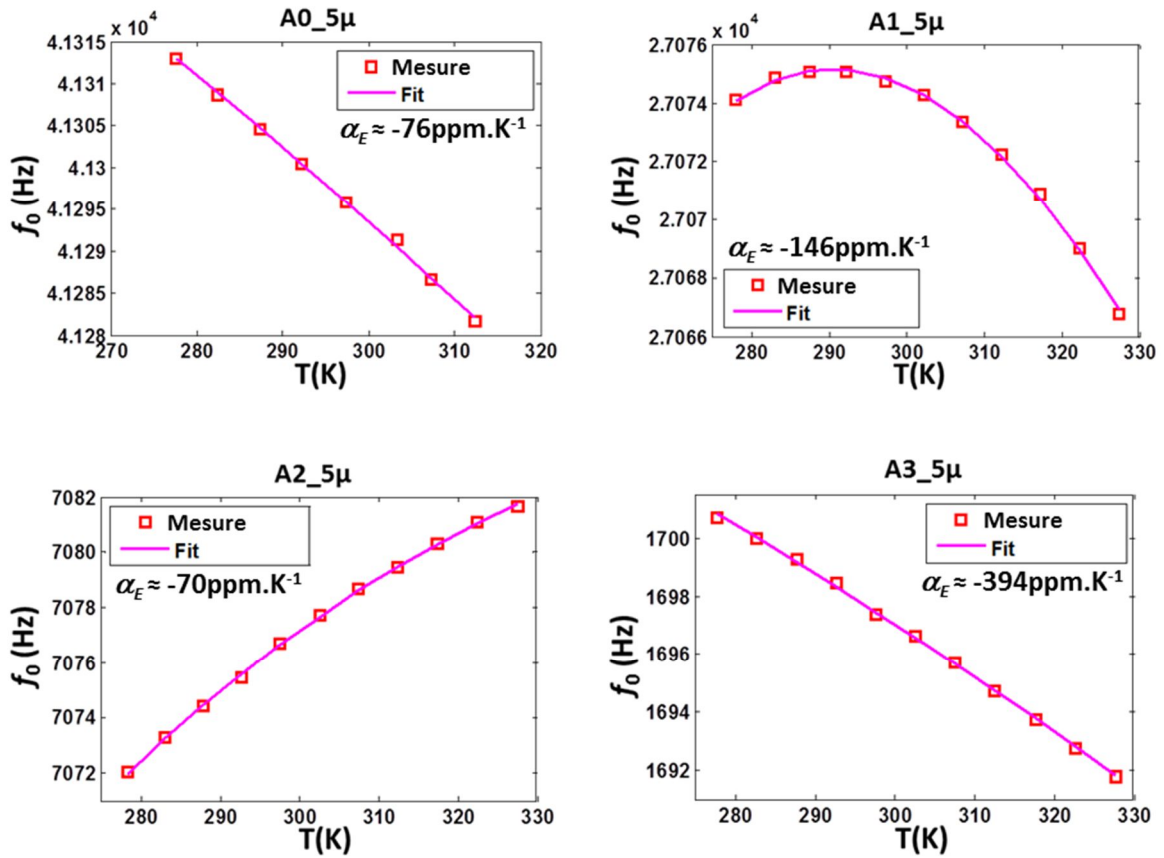
$$\left. \frac{df_0}{f_0} \right|_{M_g} = \left( A + B \frac{1}{T^2} \right) dT \quad (4.14)$$

En intégrant cette équation on trouve :

$$f_0 = \exp \left( AT - B \frac{1}{T} + C \right) \quad (4.15)$$

Tels que :  $A = \frac{\alpha_E}{2}$  et  $B = a_0 \frac{\pi P M_g}{8 \rho R} \frac{b}{h}$  et  $C$  une constante d'intégration.

Les résultats des fits effectués sur chaque courbe (Fig.4.3.b) ainsi que les valeurs de  $\alpha_E$  déduites sont présentés sur la Fig.4.4. On remarque que seules les micropoutres A0\_5μm et A2\_5μm ont des coefficients de température du module d'Young ( $\alpha_E$ ) pas très loin de  $-60 \text{ ppm.K}^{-1}$ . On constate aussi que contrairement au point de fonctionnement à  $25^\circ\text{C}$ , la micropoutre A1\_5μm présente un  $\alpha_E$  global de  $-146 \text{ ppm.K}^{-1}$  plus de deux fois plus grand que la valeur conventionnelle. A ce stade, il est difficile de designer avec certitude le phénomène responsable de cette différence. Cette valeur de  $\alpha_E$  justifie tout de même le fait que la structure A1\_5μ (ayant la meilleure sensibilité aux variations de la masse volumique à température constante, Tab.4.1) présente une plus faible sensibilité aux variations de la masse volumique dues à la température par rapport à la structure A2\_5μ (Fig.4.4).



**Figure 4.4 :** En carrés les mesures des fréquences propres en fonction de la température et en lignes continues les courbes de fit (Eq.4.15) correspondantes.

#### 4.3.5 Conclusion

Nous avons montré que le comportement thermique d'une micropoutre résonante dans un milieu gazeux ne dépend pas que des propriétés mécaniques de la poutre (module d'Young, dimensions, *etc.*) et que l'effet de la température sur ces dernières peut très bien être dominé par l'effet de la variation de la masse volumique due à la température. Lorsque la température augmente, la fréquence de résonance peut donc soit diminuer lorsque la variation du module de Young est dominante, soit augmenter lorsque la variation de la masse volumique du gaz est dominante (micropoutres A0\_5μm et A2\_5μm, Fig.4.4). A noter aussi, qu'il est possible de diminuer l'impact thermique des propriétés mécaniques d'une micropoutre sur la variation de sa fréquence de résonance. Il suffit pour cela d'augmenter la pression et/ou de diminuer la température de fonctionnement pour augmenter la sensibilité de la micropoutre aux variations de la masse volumiques (Eq.4.12.b).

### 4.4 Influence des autres paramètres physiques

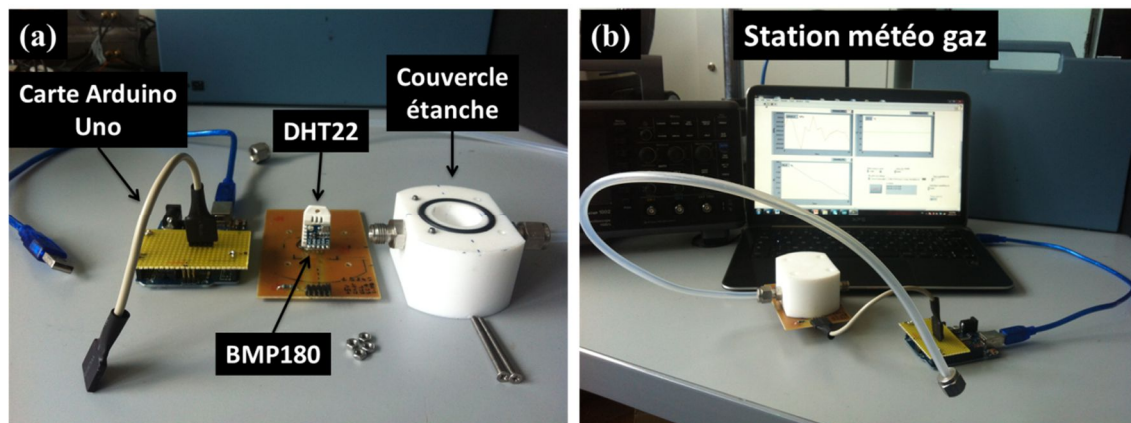
Nous avons abordé dans la partie 4.3 l'effet de la température sur le comportement des micropoutres résonantes en silicium. Dans cette partie, nous abordons principalement l'effet de la pression atmosphérique sur le comportement dynamique des micropoutres. Mais avant cela, nous présentons d'abord la « mini station météo gaz » et la carte oscillateur réalisés.



#### 4.4.1 Réalisation d'une station météo et d'un circuit oscillateur

##### 4.4.1.1 Station météo gaz

Afin de pouvoir suivre les variations atmosphériques de la pression, de la température et de l'humidité relative, une mini station météo a été réalisée. Elle est constituée d'une carte microcontrôleur Arduino Uno [WEB5] sur laquelle sont connectés un capteur d'humidité relative (DHT22) ainsi qu'un baromètre (BMP180) réalisant à la fois la mesure de la pression absolue (atmosphérique) et de la température du gaz [WEB6]. Pour enregistrer les trois mesures en provenance de ces deux capteurs, un programme *labVIEW* a été créé pour communiquer avec la carte *Arduino Uno*. La « station météo gaz » ainsi réalisée est présentée sur la Fig.4.5.



**Figure 4.5 :** Station météo gaz. (a) Le capteur d'humidité relative (DHT22) et le capteur de pression absolue et de température (BMP180) sont montés sur un PCB connecté par un câble à la carte *Arduino Uno*. Un couvercle en téflon étanche est prévu pour acheminer le gaz dans la chambre abritant les deux capteurs sur PCB. (b) Présentation de la station météo gaz connectée à un PC pour le suivi et l'enregistrement des trois paramètres météo.

##### 4.4.1.2 Circuit oscillateur

Le suivi des variations de la fréquence propre par les méthodes spectrales nécessite un balayage en fréquence et un traitement des mesures. Nous avons vu dans le chapitre 1 qu'il est possible d'utiliser des circuits oscillateurs afin d'avoir un accès direct à la mesure de la fréquence des oscillations et ainsi, de s'affranchir des balayages fréquentiels et les traitements associés pour l'extraction de la fréquence propre ou de résonance.

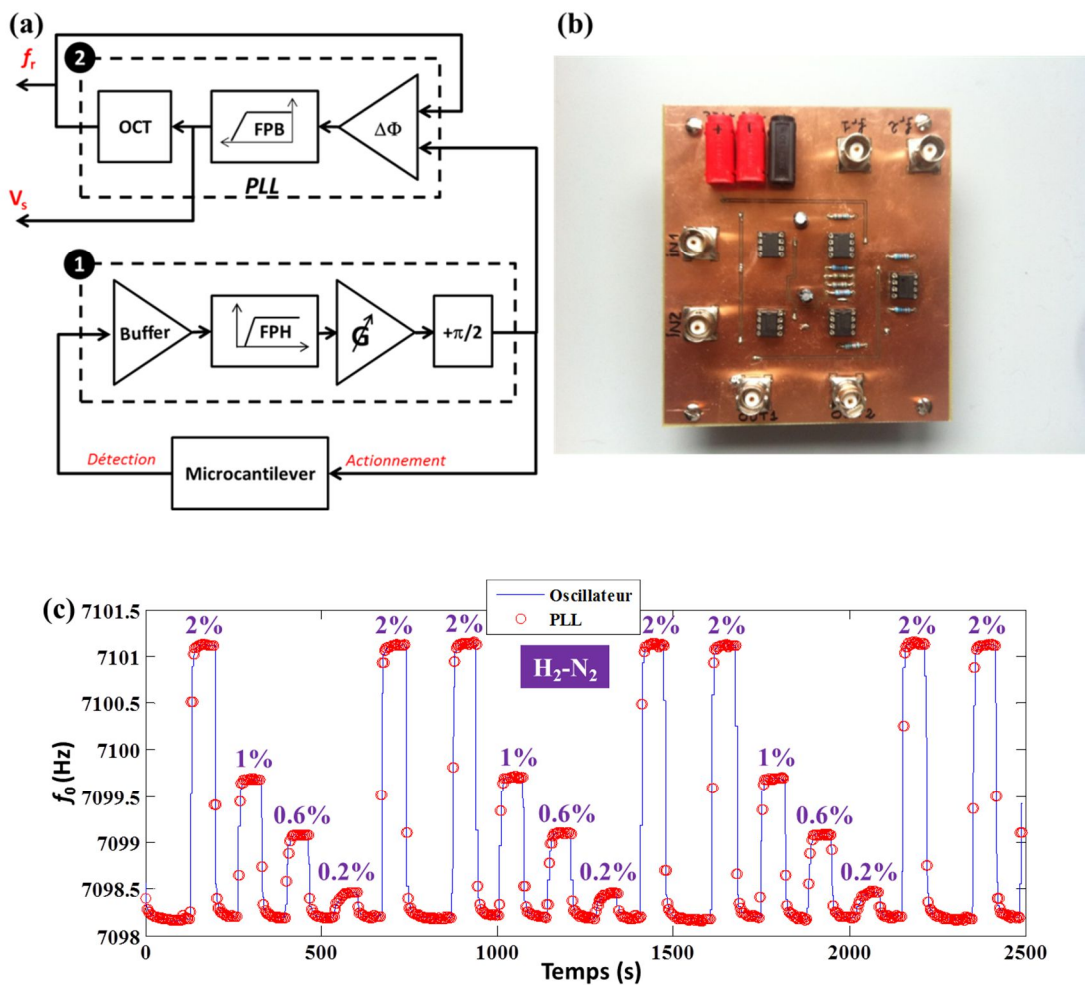
Nous avons donc mis en œuvre une configuration d'oscillateur composée principalement d'un amplificateur de réaction positive et d'une boucle à verrouillage de phase (PLL). En raison de la forme carrée et l'amplitude relativement élevée que délivre l'OCT (Oscillateur Contrôlé en Tension), la PLL n'a pas été rebouclée sur la piste d'actionnement de la micropoutre. En fait, la PLL a été utilisée pour deux raisons : la première c'est qu'elle permet d'améliorer la précision sur la mesure de la fréquence de l'oscillation par un fréquencemètre et la seconde, c'est qu'elle offre la possibilité de suivre la tension de commande de l'OCT qui est plus facile à mesurer et elle est une image de la fréquence de l'oscillation. Quant à la configuration amplificateur-résonateur (oscillateur) en boucle fermée, celui-ci a été utilisé pour mettre la micropoutre en oscillation entretenue.

Le schéma synoptique de ce circuit composé d'une PLL et d'un oscillateur est présenté sur la Fig.4.6.a. Comme on peut le voir sur cette figure, la boucle de réaction comprend un buffer (circuit



suiveur) pour l'isolation des impédances, un filtre passe haut (FPH) pour éliminer la composante continue (offset) en provenance du demi-pont piézorésistif ainsi que les signaux à 50Hz et enfin un l'étage amplificateur et le circuit déphaseur ( $+\pi/2$ ). La sortie de ce dernier est connectée vers la piste d'actionnement et vers l'entrée du comparateur de phase de la PLL. Cette dernière se charge de reconstituer la fréquence du signal d'excitation de manière moins bruitée.

Cette configuration a d'abord été réalisée sur une carte d'essai. Les tests préliminaires effectués en utilisant la micropoutre A2\_5 $\mu$  ont montré qu'il est tout à fait possible de mesurer les variations de fréquences ( $\Delta f < 0.2\text{Hz}$ ) correspondant à des concentrations de  $\text{H}_2$  dans  $\text{N}_2$  inférieures à 0.2% comme on peut le voir sur la Fig.4.6.c. Par ailleurs, comme aucune différence n'a été constatée entre la mesure de la fréquence de résonance à la sortie de l'oscillateur et celle à la sortie de la PLL (Fig.4.6.c) et que la mesure de  $V_s$  (tension de commande de l'OCT) n'a pas été exploitée pour son faible rapport signal sur bruit pour de telles petites variations de fréquences, la mesure de la fréquence à la sortie de l'oscillateur a été adoptée. La PLL a donc été remplacée par un simple comparateur permettant de transformer le signal d'actionnement en un signal carré de meilleur rapport signal sur bruit et beaucoup plus exploitable par un fréquencemètre. La carte électronique ainsi réalisée est présentée sur la Fig.4.6.b, elle contient deux circuits de contre-réaction positive (bloc 1 du schéma synoptique de la Fig.4.6.a) pour la mise en oscillations de deux micropoutres simultanément.



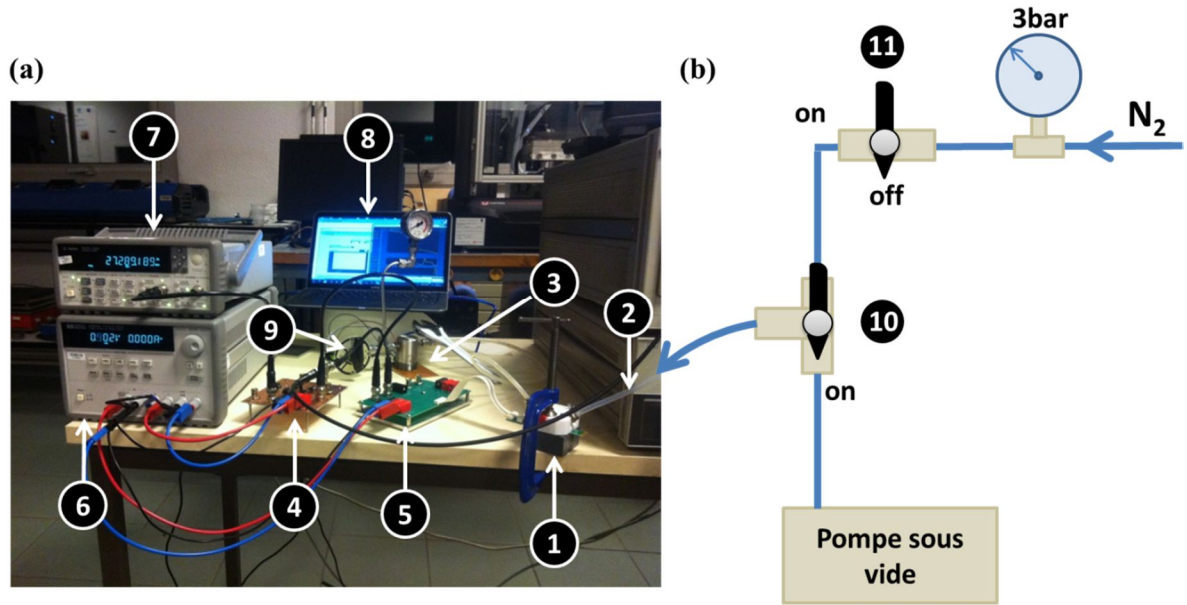
**Figure 4.6 :** Réalisation d'un circuit-résonateur pour le suivi en temps réel des variations des fréquences de résonance des micropoutres. (a) Schéma synoptique du circuit oscillateur mettant en œuvre une boucle de contre-réaction positive (bloc 1) et une PLL (bloc 2) pour le suivi des variations de la fréquence d'oscillation. (b) Carte électronique comprenant deux circuits oscillateurs (bloc 1) dont les deux PLL sont remplacées par deux comparateurs afin de transformer les signaux quasi-sinusoïdaux en signaux carrés de meilleurs rapports signal sur bruit et mieux exploitables par un fréquencemètre.

#### 4.4.2 Variation de la pression atmosphérique

La pression modifie la masse volumique du gaz comme nous avons pu le voir à travers l'*Eq.4.6*. En effet, la pression caractérise la force moyenne par unité de surface que génèrent les particules de gaz en collision avec les parois de la micropoutre. Plus ces particules sont nombreuses, plus la pression et donc la masse effective de la micropoutre est grande, ce qui fait diminuer la fréquence de résonance de la structure.

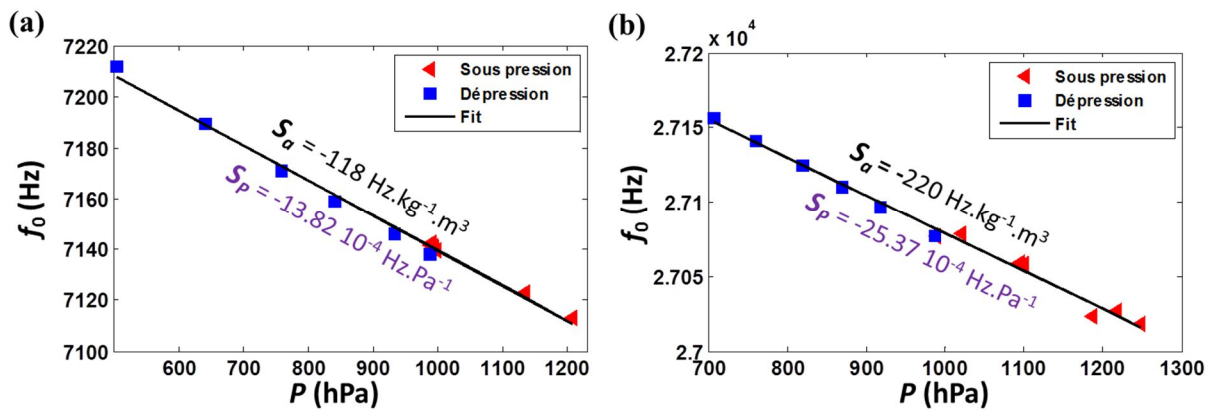
Dans la partie 4.3, la pression a été considéré comme étant constante, afin d'étudier principalement l'influence de la température. Compte tenu de l'*Eq.4.6*, la pression et la masse molaire ont la même influence sur la masse volumique du gaz et donc *a priori* sur le comportement dynamique d'une micropoutre. Afin de vérifier cela, un banc de test permettant de faire varier la pression environnante des micropoutres a été réalisé, il est illustré sur la *Fig.4.7.a*. Comme on peut le voir sur celle-ci, la micropoutre est enfermée dans une cellule étanche (1) qui est connectée en entrée à un système de contrôle de pression (2) et en sortie à la station météo gaz (3). La micropoutre sous test est connectée à la carte oscillateur (4) par l'intermédiaire de la carte d'interconnexion (5). Le système oscillateur est alimenté grâce à une source de tension de type *Agilent E3663A* (6). Enfin, un fréquencemètre de type *Agilent 53131A* (7) permettant de suivre la fréquence des oscillations ainsi que la station météo (3) sont connectés au PC (8) via une liaison série pour l'enregistrement des données de mesure.

Le système de contrôle de pression (*Fig.4.7.b*) est composé d'une pompe sous vide et d'une conduite sous pression ( $N_2$  à 3bar maximum) dont le choix entre les deux se fait grâce à une vanne manuelle à trois voies (10). La variation de la pression environnante d'une micropoutre dans ce banc de test se fait de la manière suivante : la pompe sous vide est d'abord enclenchée pour créer une dépression et les programmes d'acquisition sont ensuite lancés. Manuellement, la vanne (9) est ouverte pour augmenter légèrement la pression dans la cellule (2) puis elle est refermée. Cette démarche est répétée cycliquement jusqu'à ce que la pression dans la cellule atteigne la pression atmosphérique. La vanne à trois voies (10) est mise ensuite sur la position conduite sous pression. La pression dans la cellule (2) est augmentée par palier et par ouverture/fermeture de la vanne (11).



**Figure 4.7 :** Banc de caractérisation des micropoutres vis-à-vis de la variation de la pression environnante.

Le banc présenté sur la Fig.4.7 a été utilisé pour la caractérisation en pression des deux micropoutres A1\_5 $\mu$ m et A2\_5 $\mu$ m. Les résultats de mesure sont présentés sur la Fig.4.8 où on peut remarquer que les sensibilités vis-à-vis de la masse volumique ( $S_a$ ), déduites à partir des pentes des caractéristiques  $f_0 = f(P)$ , sont quasiment les mêmes que celles estimées dans le Tab.3.3 et le Tab.4.1 qui correspondent respectivement aux sensibilités vis-à-vis de la variation de la masse volumique due au changement de la masse molaire et due au changement de la température.



**Figure 4.8 :** Variation de la fréquence propre (oscillation) en fonction de la variation de la pression des micropoutres (a) A2\_5 $\mu$ m et (b) A1\_5 $\mu$ m.

#### 4.4.3 Variation du débit

Dans le cas des résonateurs MEMS et des micropoutres en particulier, il est important de maintenir un débit d'écoulement constant du fluide environnant pour garder une pression dynamique constante. En effet, comme nous avons pu le voir dans la partie 4.4.2, la variation de la pression provoque une variation de la fréquence de résonance des micropoutres.

L'équation de Bernoulli permet de prendre en compte l'effet de la variation de la vitesse de l'écoulement du gaz (débit) dans la variation de la pression. Si l'on considère un écoulement de gaz non visqueux, incompressible (masse volumique constante), stationnaire et uniforme dans une conduite de gaz (*Fig.4.9.a*), on peut alors écrire :

$$P_0 + \rho_g g z_0 + \frac{1}{2} \rho_g v_0^2 = P_c + \rho_g g z_c + \frac{1}{2} \rho_g v_c^2 \quad (4.16)$$

Où  $P$ ,  $v$  et  $z$  sont respectivement la pression du gaz, la vitesse du gaz et la hauteur et  $g$  l'accélération gravitationnelle terrestre. Les indices '0' et 'c' correspondent respectivement à l'extérieur et à l'intérieur de la conduite (*Fig.4.9.a*).

En considérant que  $z_0 = z_c$  et que  $v_0 = 0$ , l'*Eq.4.16* peut s'écrire :

$$P_c = P_0 - \frac{1}{2} \rho_g v_c^2 \quad (4.17)$$

Cette équation montre que lorsque la vitesse du gaz augmente, la pression dans la conduite diminue.

D'autre part, si l'on considère une conduite de gaz à section non uniforme (*Fig.4.9.b*) et d'après la conservation du débit on peut écrire :

$$\frac{v_A}{v_B} = \frac{S_B}{S_A} \quad (4.18)$$

Tels que  $v_x$  et  $S_x$  ( $x = A$  ou  $B$ ) sont respectivement la vitesse du gaz et la section de la conduite aux points  $x$ .

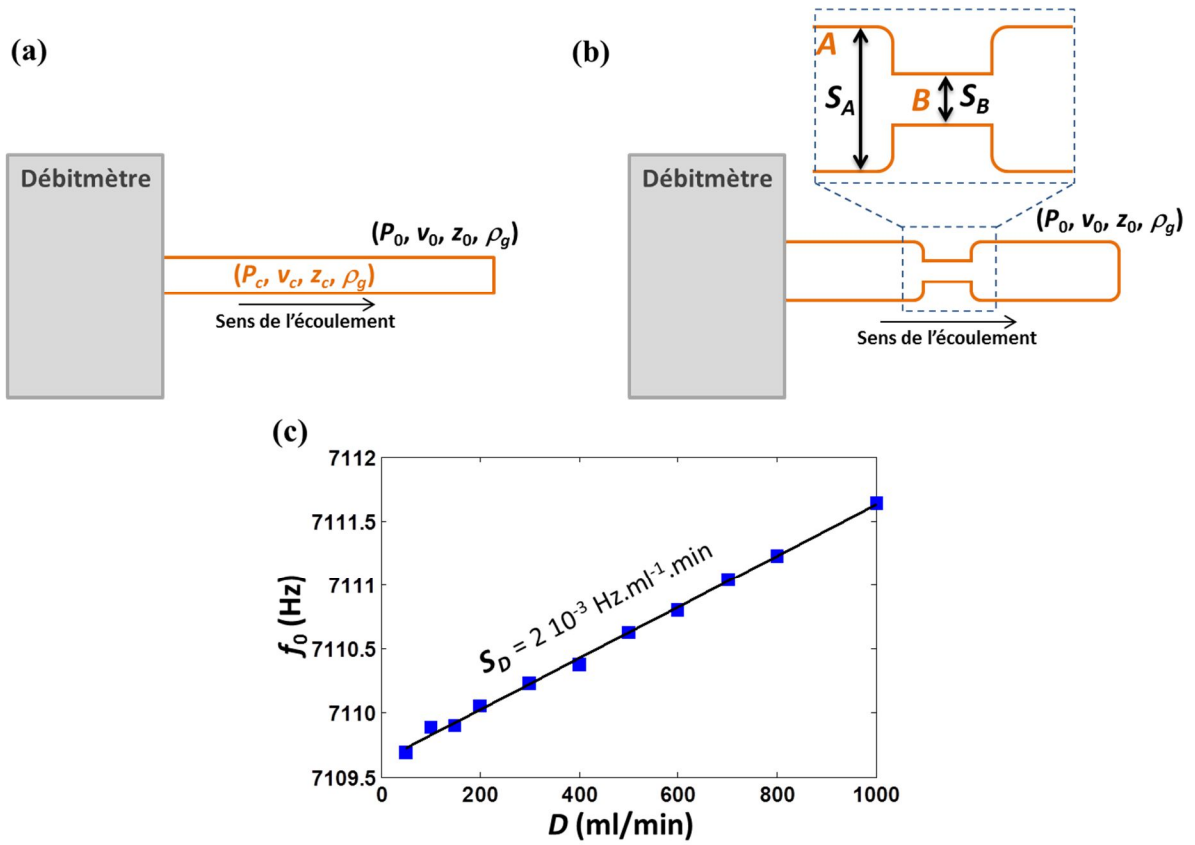
En combinant les deux *Eq.4.16* et *Eq.4.18* on obtient :

$$P_A - P_B = \frac{1}{2} \rho_g v_A^2 \left( \left( \frac{v_B}{v_A} \right)^2 - 1 \right) \quad (4.19)$$

Ce phénomène de changement de pression d'un fluide dû à une variation de section d'écoulement est attribué à Venturi (Effet Venturi) qui a prolongé l'équation de Bernoulli pour un écoulement horizontal ( $\Delta z = 0$ ).

Dans ces travaux de recherche, toutes les expériences menées sur les micropoutres en utilisant la ligne à gaz ont été effectuées avec un débit constant. Cependant, comme nous l'avons vu à travers l'équation de Bernoulli (*Eq.4.16*) ainsi que l'effet Venturi (*Eq.4.19*), la variation du débit ou de la section d'écoulement provoquent une variation de pression qui affecte la fréquence de résonance des micropoutres. La configuration de la cellule hermétique contenant les micropoutres (*Fig.4.2*) correspond au cas de la *Fig.4.9.b* où la section de la chambre est légèrement plus petite que celle des tuyaux acheminant le gaz. La variation du débit provoquerait donc une dépression dans la chambre, ce qui devrait augmenter la fréquence propre des micropoutres.

Une expérience a été effectuée sur la micropoutre A2\_5 $\mu$  en faisant varier le débit de l'azote entre 50ml/min et 1000ml/min, dont les résultats sont présentés sur la *Fig.4.9.c*. On remarque que la fréquence propre augmente lorsque l'on augmente le débit du gaz, ce qui témoigne d'une dépression dans la chambre hermétique.



**Figure 4.9 :** Effet de la variation du débit sur le comportement des micropoutres résonantes. (a) Le fluide subit une dépression à l'intérieur de la conduite à cause du débit de l'écoulement. (b) Le fluide subit dans la partie B à la fois une dépression due au débit et une dépression due à sa section inférieure à celle de la partie A (Eq.4.17 et Eq.4.19). (c) Variation de la fréquence propre de la micropoutre A2\_5μ en fonction du débit de l'azote.

On peut déduire directement la variation de la fréquence propre causée par la variation de la vitesse du gaz et donc de la pression. A partir des Fig.4.8.a et Fig.4.9.c et des pentes  $S_P$  et  $S_D$  de ces figures on peut écrire avec  $P$  en Pa et  $D$  en ml/min :

$$\Delta P = \frac{S_D}{S_P} \Delta D = -1.45 \Delta D \quad (4.20)$$

Ce qui signifie que pour une variation de débit de 100ml/min, une dépression de 145Pa se produit à l'intérieur de la chambre hermétique. Cette variation de pression est due à la fois à la variation du débit (cas de la Fig.4.9.a, Eq.4.17) ainsi qu'à la variation de la vitesse du gaz à cause de la section de la chambre hermétique (cas de la Fig.4.9.b, Eq.4.19).

#### 4.4.4 Conclusion

Nous avons montré que la sensibilité des micropoutres vis-à-vis de la pression du gaz est due à la variation de la masse volumique du gaz. De plus, nous avons aussi montré que les variations de débit de gaz provoquant des variations de vitesse, et donc de pression, affectent la fréquence propre des micropoutres. Il est donc important de maintenir un débit d'écoulement de gaz constant lors d'une caractérisation sous gaz. Ce phénomène ne devrait pas trop affecter la fréquence propre dans des conditions de fonctionnement réelles à cause du faible écoulement d'air et de la faible variation de sa vitesse.

## 4.5 Amélioration de la sensibilité : second lot de micropoutres

Au chapitre 3, l'étude de l'influence de la géométrie sur la sensibilité des micropoutres aux variations de la masse volumique du gaz a montré que la géométrie parallélépipédique est la meilleure en termes de sensibilité. De plus, cette étude a confirmé le fait que cette sensibilité dépend du rapport largeur sur longueur au carré ( $b/L^2$ ) et qu'elle ne dépend pas de l'épaisseur ( $h$ ), conformément à l'Eq.3.5.

Dans cette partie, le Lot n°2 prévu pour l'amélioration des performances des micropoutres du Lot n°1 est présenté. Le dimensionnement et le choix des géométries des structures sont aussi exposés. Du palladium a été déposé sur certaines structures afin de tester l'augmentation de la sensibilité et de la sélectivité. Ainsi, une étude expérimentale des performances des micropoutres sans couche sensible pour la mesure de la masse volumique et avec palladium pour la détection de l'hydrogène est présentée.

### 4.5.1 Conception et dimensionnement

Afin de prendre en compte les conclusions tirées de l'analyse des performances des micropoutres du Lot n°1 pour améliorer les sensibilités, un second lot (Lot n°2) de micropoutres a été conçu, dont les principaux critères de dimensionnement sont les suivants :

- Dimensionnement de micropoutres parallélépipédiques plus larges que longues (haut rapport  $b/L^2$ ).
- Augmentation de l'épaisseur ( $h = 10\mu\text{m}$  et  $20\mu\text{m}$ ) pour l'amélioration du facteur de qualité.
- Augmentation de la largeur des pistes d'actionnement pour permettre une augmentation des courants d'actionnement.
- Fonctionnalisation des micropoutres avec du palladium pour comparer les performances (sensibilité et sélectivité).
- Concentration des contraintes mécaniques autour des jauges de déformation près de l'encastrement pour augmenter la variation relative de la résistance (Eq.1.44), le signal qu'elles délivrent (Eq.1.49) et donc leur rapport signal sur bruit.

#### 4.5.1.1 Géométries parallélépipédiques et trapézoïdales

L'étude de l'influence de la géométrie sur la sensibilité des micropoutres (partie 3.5.2) a révélé que la géométrie parallélépipédique est la meilleur en termes de sensibilité parmi toutes les géométries testées (T et U). Les raisons avancées selon lesquelles, les structures ayant plus de surface de contact avec le gaz sont les plus sensibles, étaient bien entendu simplistes ; car dans cette étude, les structures les plus sensibles avaient aussi les plus grandes fréquences de résonance (Tab.3.2). En revanche, cette étude a aussi montré que l'épaisseur, ayant une influence sur la fréquence de résonance, n'a pas d'influence sur la sensibilité (Eq.3.5).

On ne peut donc pas parler de dépendance inconditionnelle entre la fréquence de résonance et la sensibilité car ceci n'est vrai dans notre cas (géométries A, T et U) que lorsque les différentes géométries ont les mêmes longueurs totales ( $L$ ), largeurs totales ( $b$ ) et épaisseurs ( $h$ ). Cependant, la géométrie triangulaire a une plus grande fréquence de résonance qu'une géométrie parallélépipédique pour les mêmes dimensions ( $L$  et  $h$ ) [ZHA11], contrairement aux rigidités :

$$f_{\square} \approx 0.1623 \frac{h}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (4.21.a)$$

$$k_{\square} = \frac{Eb h^3}{4L^3} \quad (4.21.b)$$

$$f_{\Delta} \approx 0.3289 \frac{h}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (4.22.a)$$

$$k_{\Delta} = \frac{Eb h^3}{6L^3} \quad (4.22.b)$$

Où  $f$  et  $k$  sont respectivement les fréquences de résonance et la raideur et les indices  $\square$  et  $\Delta$  correspondent respectivement aux géométries de poutres parallélépipédiques et triangulaires. D'autre part, la géométrie triangulaire présente des contraintes mécaniques longitudinales constantes le long de sa structure dans le cas d'une force ponctuelle  $F$  appliquée en bout de structure :

$$\sigma(x) = \frac{6F(x-L)}{b(x)h^2} \quad (4.23)$$

Tel que :

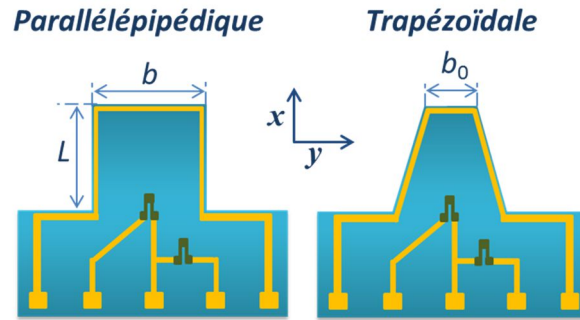
$$b(x) = b \left( 1 - \frac{x}{L} \right) \quad (4.24)$$

Cette caractéristique est très intéressante dans le cas de la détection piézorésistive, car quel que soit la position de la jauge de déformation sur la structure, elle est toujours soumise à la même déformation dans le cas d'une force ponctuelle appliquée en bout de poutre.

Il est donc intéressant dans notre cas de regarder de plus près la sensibilité de la géométrie triangulaire vis-à-vis de la masse volumique du gaz. Cependant, compte tenu du mode d'actionnement utilisé (électromagnétique), une telle géométrie génère une force d'excitation faible (*Eq.1.39*,  $b_0 = 0$  dans la *Fig.4.10*). La géométrie triangulaire risque donc d'être très difficile à faire vibrer dans notre cas, ce qui affectera certainement ses performances en termes de limite de détection.

Néanmoins, pour créer une force électromagnétique suffisante pour faire vibrer la structure, l'utilisation d'une géométrie trapézoïdale (largeur où s'applique la force plus grande que dans le cas du triangle et donc force plus grande) ayant aussi une fréquence de résonance plus grande que celle d'une géométrie parallélépipédique (mais moins élevée qu'une structure triangulaire) [ZHA11] est possible. La géométrie trapézoïdale, comme on peut le voir sur la *Fig.4.10*, a donc été dimensionnée dans ce nouveau lot afin de comparer sa sensibilité avec celle de la géométrie parallélépipédique.





**Figure 4.10 :** Géométries parallélépipédiques et trapézoïdales. ' $L$ ' est la longueur totale, ' $b$ ' la largeur totale et ' $b_0$ ' la largeur de l'extrémité libre dans le cas des trapèzes.

Le choix des dimensions s'est principalement basé sur les résultats de l'étude effectuée dans la partie 3.5, raison pour laquelle seulement des structures courtes ( $L \leq b$ ) sont dimensionnées, à l'exception d'une géométrie parallélépipédique cinq fois plus longue que large ( $L = 5b$ ) présentée dans l'annexe C. Les différentes dimensions de ces deux géométries (Fig.4.10) sont reportées sur le Tab.4.2. La signification de la nomination des différentes structures est la suivante :

- La première lettre A ou TR désigne la géométrie, respectivement, parallélépipédique ou trapézoïdale.
- Le chiffre venant après la première lettre renvoie à la taille de la structure, '0' pour la plus petite et '4' pour la plus grande (voir l'annexe C)
- Enfin, SQR ou REC sont les abréviations respectives de square (carré) lorsque  $L = b$  et de rectangular (rectangulaire) lorsque  $L < b$ .

A noter aussi que les géométries A0 et A1 du Lot n°2 ne sont pas les mêmes que celles du Lot n°1.

**Tableau 4.2 :** Géométries des poutres parallélépipédiques et trapézoïdales ainsi que leurs dimensions. La cote ' $b_0$ ' ne concerne que la géométrie trapézoïdale. L'épaisseur ' $h$ ' des structures est de  $10\mu\text{m}$  et  $20\mu\text{m}$ .

Nominations		Dimensions ( $\mu\text{m}$ )		
Géométries	Forme	$L$	$b$	$b_0$
A0 et TR0	SQR	500	500	250
	REC	250	500	250
A1 et TR1	SQR	1000	1000	500
	REC	500	1000	500

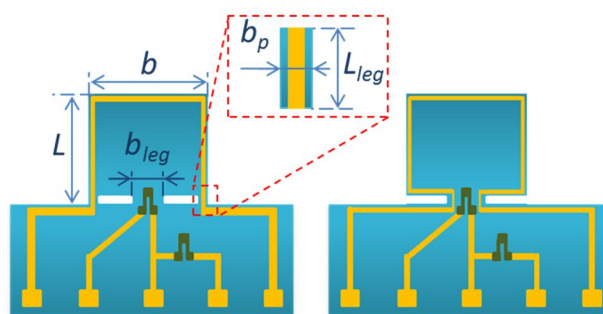
Bien qu'à largeur fixe, plus les structures sont courtes plus elles sont sensibles, la longueur minimale des structures est limitée à la moitié de la largeur ( $L > b/2$ ) comme on peut le constater sur le Tab.4.2. Ce choix a été fait pour limiter la rigidité des structures, surtout que l'épaisseur sera de  $10\mu\text{m}$  et de  $20\mu\text{m}$ . Par ailleurs, les géométries trapézoïdales (TR0 et TR1) ont une largeur de l'extrémité libre,  $b_0$ , qui vaut la moitié de la largeur totale ( $b_0 = b/2$ ) et ce pour que la force d'excitation pour ces structures ne soit pas trop faible.



#### 4.5.1.2 Concentration des contraintes mécaniques

L'un des critères dans la conception et dans le dimensionnement est d'effectuer une concentration de contraintes mécaniques à l'encastrement pour certaines géométries de poutre. En effet, lorsque les structures sont plus courtes et plus épaisses, elles deviennent forcément plus rigides et donc plus difficile à faire vibrer. En d'autres termes, pour les mêmes forces d'actionnement, les structures les plus rigides auront des amplitudes de vibration plus faibles, ce qui fait que les déformations mécaniques que subiront les piézorésistances à l'encastrement seront plus grandes ainsi que leur rapport signal sur bruit. C'est pour cette raison que la concentration des contraintes mécaniques autour des piézorésistances [NAE05] peut être une très bonne solution pour permettre à la fois de rendre les structures courtes moins rigides et pour augmenter le rapport signal sur bruit des piézorésistances. Cette démarche permettra, *a priori*, d'obtenir des signaux plus propres en provenance du demi-pont piézorésistif, ce qui se répercutera sur la limite de détection des capteurs.

La concentration des contraintes mécaniques est faite seulement sur les structures A0 et A1. Dans notre cas, cette manœuvre consiste à graver le silicium autour des jauges à l'encastrement pour former des géométries en forme de T et de M comme on peut le constater sur la Fig.4.11. Plus la longueur des pieds ' $L_{leg}$ ' est petite, plus les contraintes mécaniques sont concentrées sur les jauges de déformation. Pour des raisons technologiques (résolution de la gravure réactive ionique), la longueur ' $L_{leg}$ ' est limitée à 30 $\mu\text{m}$ . Le Tab.4.3 montre les dimensions et appellations des nouvelles structures de forme M et T issues des géométries A0 et A1.



**Figure 4.11** : Géométries en forme de M et en forme de T. ' $L$ ' est la longueur totale, ' $b$ ' la largeur totale, ' $b_{leg}$ ' la largeur du pied central, ' $b_p$ ' la largeur du petit pied de la géométrie M et ' $L_{leg}$ ' la longueur des pieds.

**Tableau 4.3** : Géométries des poutres en forme de M et en forme de T ainsi que leurs dimensions. La cote ' $b_p$ ' ne concerne que la géométrie M. L'épaisseur ' $h$ ' des structures est de 10 $\mu\text{m}$  et 20 $\mu\text{m}$

Nominations		Dimension ( $\mu\text{m}$ )				
Géométrie	Forme	$L$	$b$	$L_{leg}$	$b_{leg}$	$b_p$
M0 et T0	SQR	500	500	30	100	50
	REC	250	500	30	100	50
M1 et T1	SQR	1000	1000	30	200	50
	REC	500	1000	30	200	50

#### 4.5.2 Procédé de fabrication du Lot n°2 et fonctionnalisation au palladium

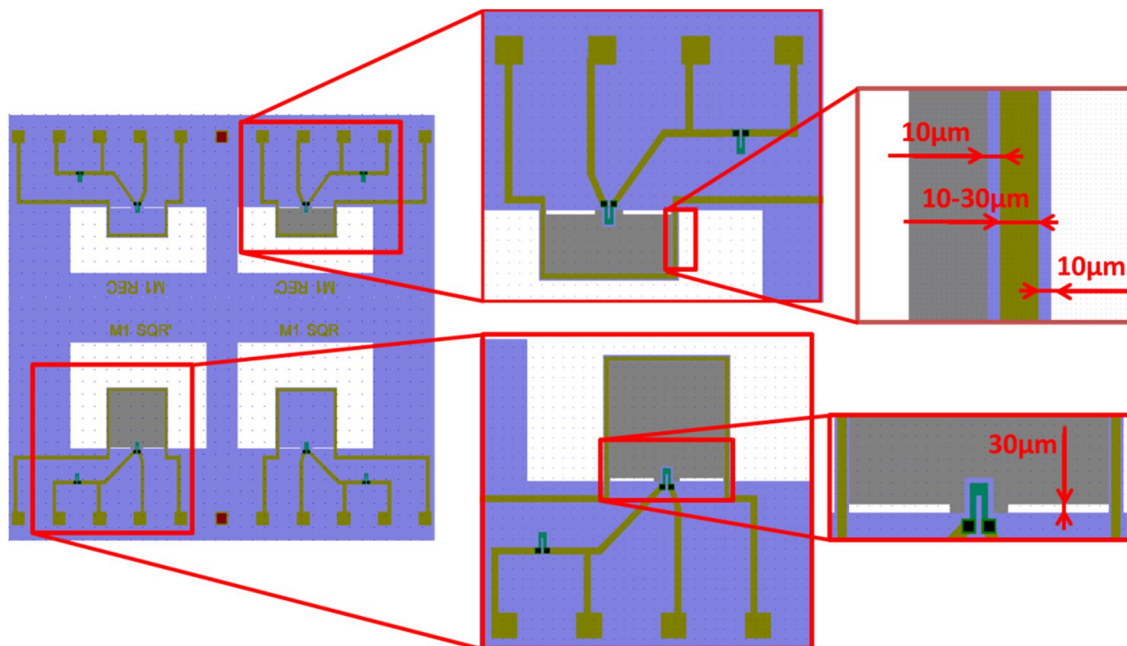
Le palladium est un métal précieux caractérisé par une extrême affinité avec l'hydrogène, il se comporte comme une éponge à hydrogène. Cette caractéristique l'a rendu très prisé dans les

applications de stockage d'hydrogène, l'hydrogénation de la matière ainsi que la détection de l'hydrogène. Dans les capteurs d'hydrogène, ce métal est très utilisé pour sa grande sensibilité et sélectivité à l'hydrogène mais aussi pour sa compatibilité avec la technologie microélectronique [SEO11]. En contact avec les molécules d'hydrogène, le palladium les adsorbe en surface et les dissocie en atomes d'hydrogène qui sont diffusés (absorbés) par la suite dans le volume pour former des hydrures de palladium ( $\text{PdH}_x$ ) [JEW06]. Lorsque le palladium est structuré sous forme d'un film, la réaction d'absorption provoque une expansion de son volume et lorsque ce film est déposé sur une micropoutre, deux modes de détection peuvent être utilisés : (1) la déflexion statique causée par l'effet bilame entre la micropoutre et la couche de palladium ou (2) la diminution de la fréquence de résonance causée par un effet de masse.

Une fonctionnalisation au palladium de certaines structures a été prévue dans le Lot n°2. Sur chaque puce contenant en général quatre micropoutres, seulement la moitié est fonctionnalisée avec du palladium. Un exemple d'une puce du Lot n°2 avec les principales règles de dimensionnement (largeur des pistes conductrices, espacement entre la piste d'actionnement et la couche de Pd, *etc.*) est présentée sur la Fig.4.12. En fait, sur chaque puce, deux géométries identiques sont placées côte à côte, une est fonctionnalisée et l'autre est sans couche sensible. La géométrie et l'emplacement des piézorésistances obéissent aux mêmes règles que celles du Lot n°1.

Ce second lot a été réalisé dans les mêmes conditions que celles du premier lot, une seule étape de fabrication a été ajoutée, elle concerne bien entendu le dépôt d'une couche de palladium sur certaines structures. Une couche de 200nm a donc été déposée par évaporation et structurée par lift off au moyen d'une résine photosensible AZ nLOF. Cette étape a été réalisée juste après le dépôt et la structuration des pistes en aluminium.

Le mode de fonctionnement prévu pour les micropoutres avec du palladium est le mode dynamique, une variation négative de la fréquence de résonance est alors attendue lors de l'absorption de l'hydrogène.

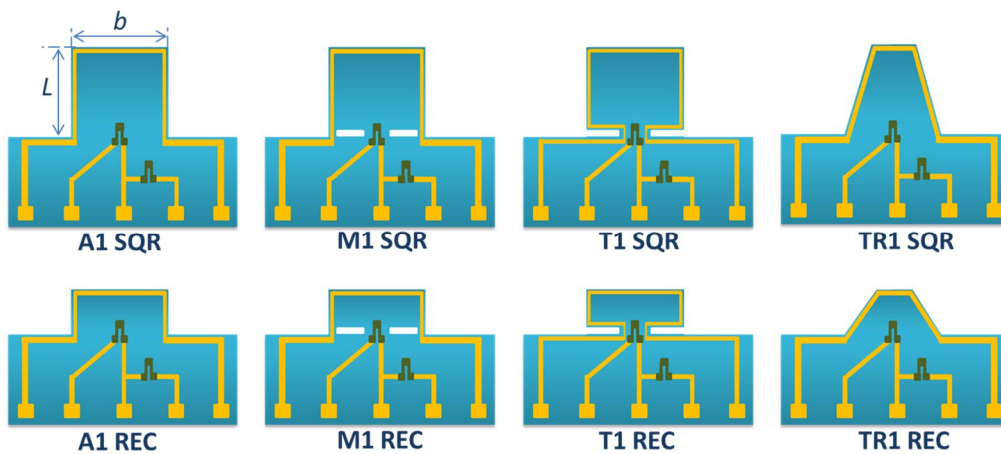


**Figure 4.12 :** Exemple d'une puce à quatre micropoutres de deux géométries différentes (M1 SQR et M1 REC). Deux structures sur quatre dont la nomination se termine par une apostrophe (') sont fonctionnalisées avec du Pd. Certaines règles de dimensionnement sont inscrites sur cette figure.

### 4.5.3 Analyse de la sensibilité des poutres sans couche sensible

Dans cette partie, une étude expérimentale de plusieurs micropoutres sans couche sensible du Lot n°2 est présentée. Le but principal de cette étude est l'analyse des performances des nouvelles structures. Pour cela, plusieurs micropoutres ont été sélectionnées dont une partie est présentée sur la Fig.4.13.

Une étude de l'influence de la géométrie, de la longueur ainsi que de la taille des structures sur leur sensibilité vis-à-vis de la masse volumique ( $S_a$ , Eq.3.5) du gaz ainsi que sur leur limite de détection (LDD) est effectuée. Elle consiste d'abord à voir l'influence de la géométrie et de la longueur, puis l'influence de la taille et enfin l'étude du second mode de résonance. Cette étude est clôturée par un bilan sur l'étude des performances de ce deuxième lot de micropoutres.



**Figure 4.13 :** Exemples de micropoutres du Lot n°2. La première lettre (A, TR, M ou T) correspondant aux formes géométriques des structures. Le chiffre 1 renvoie à la taille des structures pour lesquelles  $500\mu\text{m} \leq L \leq 1000\mu\text{m}$  et  $b = 1000\mu\text{m}$  (0 signifie  $250\mu\text{m} \leq L \leq 500\mu\text{m}$  et  $b = 500\mu\text{m}$ ). Les suffixes SQR et REC correspondant respectivement aux dimensions carrées ( $L = b$ ) et rectangulaires ( $L < b$ ) des micropoutres.

#### 4.5.3.1 Influence de la géométrie et de la longueur des structures

Une étude de l'influence de la géométrie sur la sensibilité a été déjà effectuée dans la partie 3.5.2 où une comparaison entre les géométries parallélépipédiques, en forme de T et en forme de U a été effectuée. Les résultats ont révélé que la géométrie parallélépipédique est la meilleure en termes de sensibilité. Dans cette nouvelle étude, l'analyse des réponses de deux nouvelles géométries (TR et M) ainsi que celle d'une nouvelle structure en forme de T (plus rigide que les micropoutres T1 et T2 du lot n°1) est effectuée.

Cette partie a deux objectifs principaux : le premier est de voir l'influence de la géométrie sur la sensibilité des microstructures ayant les mêmes dimensions totales ( $L$ ,  $b$  et  $h$ ) et le second, est de mesurer les sensibilités des structures plus larges que longues (REC) et ensuite les comparer avec les structures carrées (SQR) de mêmes largeur et épaisseur.

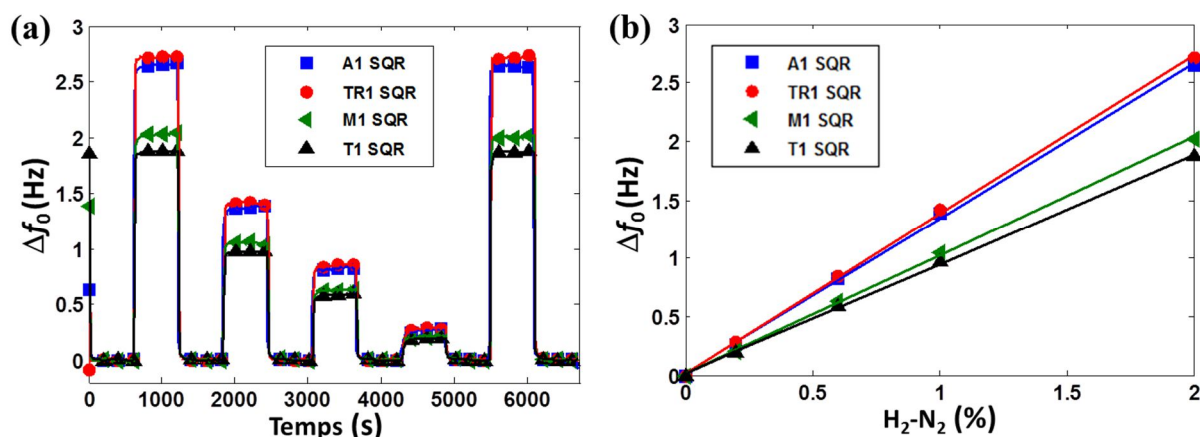
L'analyse de l'influence de la géométrie a été effectuée avec les structures X1\_SQR ( $X = A, TR, M$  et  $T$ , Fig.4.13) ayant la particularité d'avoir les mêmes longueurs totales ( $L$ ), les mêmes largeurs totales ( $b$ ) et les mêmes épaisseurs ( $h$ ) de  $10\mu\text{m}$  (voir les Tabx.4.2-3). Ces différentes micropoutres ont donc été soumises à différentes concentrations de  $\text{H}_2$  dans  $\text{N}_2$  (en suivant le même protocole que celui

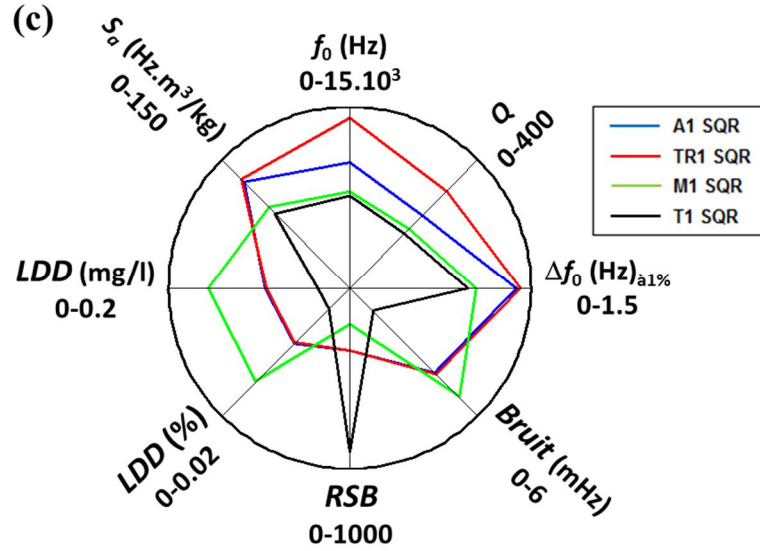
de la partie 2.6.1) dont les courbes de détection relevées aux premiers modes de résonance (en utilisant la méthode de la linéarisation de la phase, partie 2.5.2) ainsi que les principales caractéristiques de chaque capteur sont présentées sur la Fig.4.14 et sur le Tab.4.4.

On remarque que les deux géométries A1\_SQR et TR1\_SQR présentent les meilleures sensibilités. Ces deux géométries ont quasiment la même sensibilité et il est difficile de trancher sur la meilleure d'entre les deux (TR1\_SQR :  $S_a = 127\text{Hz.m}^3.\text{kg}^{-1}$ , A1\_SQR :  $S_a = 124\text{Hz.m}^3.\text{kg}^{-1}$ ). D'autre part, il est clair que la poutre M1\_SQR, qui vient derrière les deux précédentes, est plus sensible que la poutre T1\_SQR. En revanche, cette dernière structure présente la meilleure limite de détection estimée à environ 30ppm de  $\text{H}_2$  dans  $\text{N}_2$  (Tab.4.4), suivie par TR1\_SQR et A1\_SQR avec environ 90ppm chacune. Bien que la jauge de déformation de la poutre M1\_SQR subisse plus de déformations que les poutres A1\_SQR et TR1\_SQR et donc qu'elle soit sensée avoir un bruit plus faible (bruit sur la courbe de la Fig.4.14.a estimé par un calcul de l'écart type) et donc un rapport signal sur bruit (*RSB*) comparable à celui de la T1\_SQR, cette poutre présente le plus faible *RSB* (Tab.4.4) pour des raisons non identifiées (test réalisé sur une seule micropoutre M1\_SQR).

Par ailleurs, comme on peut le voir sur la Fig.4.14.c et le Tab.4.4, l'ordre du classement des sensibilités suit la fréquence propre des structures (plus elle est grande, meilleure est la sensibilité), à l'exception de la TR1\_SQR qui malgré le fait qu'elle dispose d'une fréquence propre supérieure de 26% par rapport à celle de A1\_SAR, elle ne présente pas une sensibilité conséquente.

Cette première expérience montre que les géométries A et TR sont les meilleures en terme de sensibilité suivies par les géométries M puis T pour les mêmes dimensions  $L$ ,  $b$  et  $h$ . Comme prévu et malgré sa faible sensibilité par rapport aux autres géométries, la géométrie T dispose du meilleur *RSB* (faible bruit) et donc de la meilleure *LDD* en raison de la concentration des contraintes mécaniques autour de la jauge de déformation.





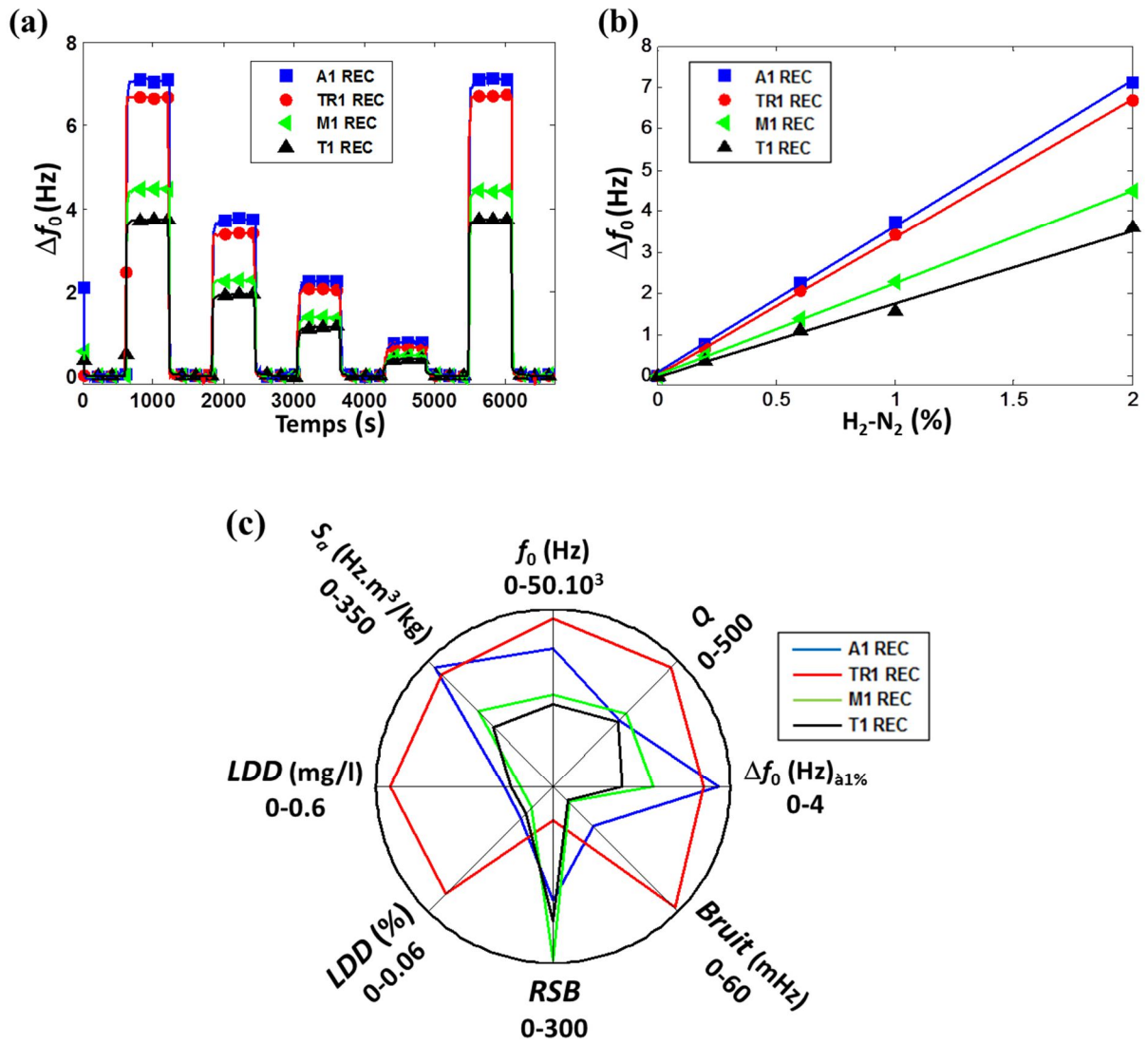
**Figure 4.14 :** Influence de la géométrie des structures sur leurs sensibilités vis-à-vis de la masse volumique. (a) Courbes de détection de 2%, 1%, 0.6%, 0.2% puis 2% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> avec un débit de 100ml/min. (b) Courbes d'étalonnage reliant la variation de la fréquence propre à la variation de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> pour chaque structure. (c) Performances et caractéristiques des différents capteurs en termes de fréquence propre ( $f_0$ ), de facteur de qualité ( $Q$ ), de variation de la fréquence propre à 1% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> ( $\Delta f_{0,1\%}$ ), de bruit estimé par un calcul d'écart-type (*Bruit*), de rapport signal sur bruit ( $RSB = \Delta f_{0,1\%}/\text{Bruit}$ ), de limite de détection ( $LDD(\%)$  pour la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> et  $LDD(\text{mg/l})$  pour la masse volumique du gaz) et de sensibilité vis-à-vis de la masse volumique ( $S_a$ ).

**Tableau 4.4 :** Valeurs numériques des caractéristiques et performances des différents capteurs X1\_SQR (X = A, TR, M ou T).

Structures	$f_0$ (Hz)	$Q$	$\Delta f_0$ (Hz) <sub>a1%</sub>	<i>Bruit</i> (mHz)	$RSB$	$LDD$ (%)	$LDD$ (mg/l)	$-S_a$ (Hz.m <sup>3</sup> /kg)
A1_SQR	10436	227	1.377	3.98	346	0.009	0.093	<b>124</b>
TR1_SQR	14086	302	1.414	4.04	350	0.009	0.092	<b>127</b>
M1_SQR	7973	186	1.048	5.11	205	0.015	0.16	95
T1_SQR	7695	170	0.972	1.07	905	<b>0.003</b>	<b>0.036</b>	87

Afin de vérifier les constatations relevées dans l'étude de l'influence de la géométrie avec les micropoutres X1\_SQR une deuxième expérience est effectuée avec les micropoutres X1\_REC. Cette expérience permet aussi de voir l'influence de la longueur sur la sensibilité des géométries A, TR, M et T. Les résultats de cette expérience sont présentés sur la Fig.4.15 et Tab.4.5.

On remarque que la A1\_REC a une sensibilité de 331 Hz.m<sup>3</sup>.kg<sup>-1</sup> qui est nettement supérieure à celle de la TR1\_REC estimée à 313Hz.m<sup>3</sup>.kg<sup>-1</sup>, vient ensuite la M1\_REC puis la T1\_REC (Tab.4.5). Ces résultats confirment bien l'ordre des sensibilités des structures révélé par l'expérience précédente (Tab.4.4). On remarque tout de même que la A\_REC s'avère plus sensible que la TR\_REC. D'autre part, contrairement à la première expérience, la géométrie M (M\_REC) présente la meilleure  $LDD$ , suivie par la géométrie T (T\_REC), ce qui confirme bien l'intérêt de la concentration des contraintes mécaniques pour diminuer le bruit relatif sur le signal des résistances et donc le bruit sur l'estimation de la fréquence propre.



**Figure 4.15 :** Influence de la géométrie et de la longueur des structures sur leurs sensibilités vis-à-vis de la masse volumique. (a) Courbes de détection de 2%, 1%, 0.6%, 0.2% puis 2% de  $H_2$  dans  $N_2$  avec un débit de 100ml/min. (b) Courbes d'étalonnage reliant la variation de la fréquence propre à la variation de la concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  pour chaque structure. (c) Performances et caractéristiques des différents capteurs en termes de fréquence propre ( $f_0$ ), de facteur de qualité ( $Q$ ), de variation de la fréquence propre à 1% de  $H_2$  dans  $N_2$  ( $\Delta f_{0,1\%}$ ), de bruit estimé par un calcul d'écart-type (*Bruit*), de rapport signal sur bruit ( $RSB = \Delta f_{0,1\%}/Bruit$ ), de limite de détection ( $LDD(\%)$ ) pour la concentration de  $H_2$  dans  $N_2$  et  $LDD(mg/l)$  pour la masse volumique du gaz) et de sensibilité vis-à-vis de la masse volumique ( $S_a$ ).



**Tableau 4.5 :** Valeurs numériques des caractéristiques et performances des différents capteurs X1\_REC (X = A, TR, M ou T).

Structures	$f_0$ (Hz)	$Q$	$\Delta f_0$ (Hz) <sub>à 1%</sub>	Bruit (mHz)	RSB	LDD (%)	LDD (mg/l)	$-S_a^3$ (Hz.m <sup>3</sup> /kg)
A1_REC	38830	265	3.74	19.25	194	0.015	0.165	<b>331</b>
TR1_REC	47376	473	3.41	58.5	58.3	0.052	0.55	313
M1_REC	25800	292	2.28	7.7	296	<b>0.01</b>	<b>0.11</b>	209
T1_REC	22989	260	1.57	6.9	228	0.013	0.14	165

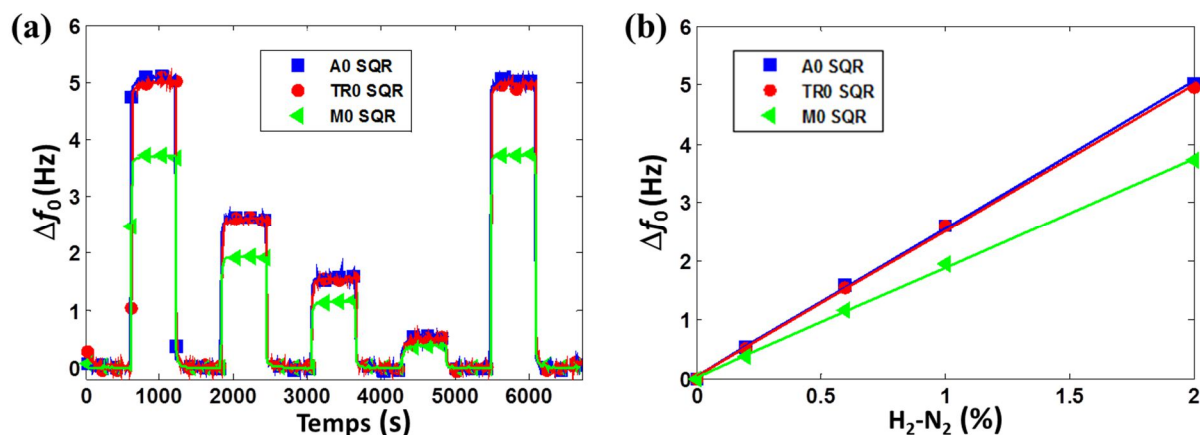
Les deux expériences exposées dans cette partie ont montré que :

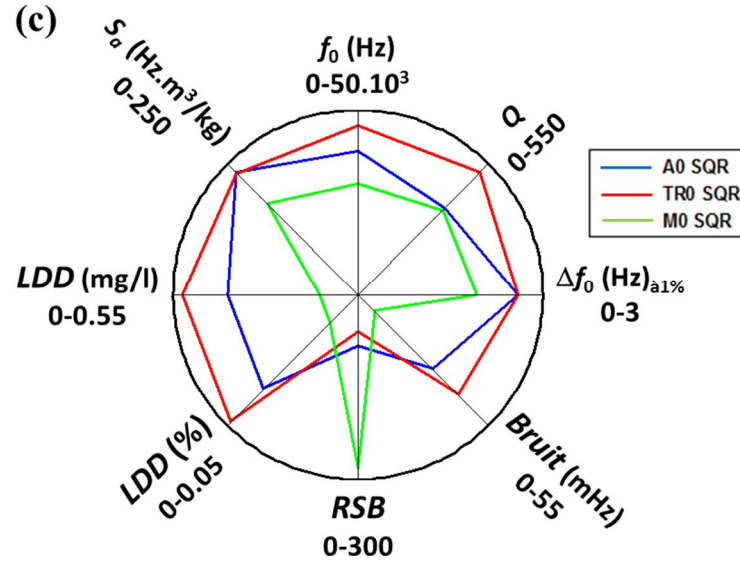
- La géométrie parallélépipédique est la meilleure en termes de sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du gaz.
- Les structures plus larges que longues sont les plus sensibles et ce, quelle que soit la géométrie (A, TR, M et T).
- La concentration des contraintes mécaniques autour de la jauge de déformation a permis aux géométries T et M d'avoir les meilleures limites de détection.
- Pour les mêmes dimensions globales ( $L$ ,  $b$  et  $h$ ), l'ordre de la sensibilité des géométries est le suivant : A, Tr, M puis T.

#### 4.5.3.2 Influence de la taille des structures

Nous avons montré dans la partie 3.5.3.2 que la division par deux de la longueur et la largeur de la micropoutre A2\_5 $\mu$ , pour l'obtention de la micropoutre A1\_5 $\mu$ , a permis d'améliorer, de presque d'un facteur deux, la sensibilité de cette géométrie. Dans cette partie, les trois géométries A0\_SQR, TR0\_SQR et M0\_SQR qui ont une longueur totale ( $L$ ) et une largeur totale ( $b$ ) deux fois plus petites que leurs congénères X1\_SQR (X = A, TR et M) sont testées. Ainsi, leurs courbes de détection, leurs courbes d'étalonnage et leurs caractéristiques et performances sont présentées sur la Fig.4.16 et dans le Tab.4.6.

On constate que l'ordre des sensibilités est resté le même que celui des deux précédentes expériences (Tabx.4.4-5) et là encore, la géométrie M offre la meilleure LDD estimée à 110ppm de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>.





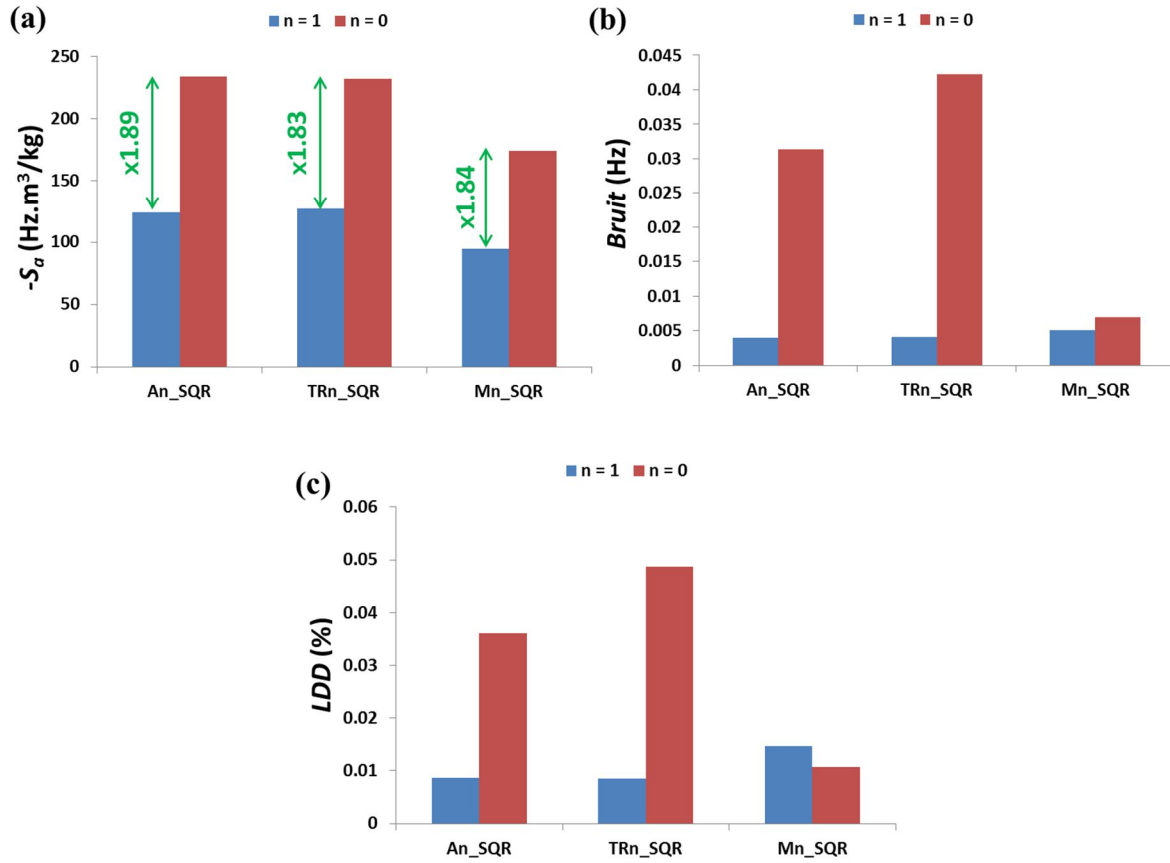
**Figure 4.16 :** Influence de la taille des structures carrées (X0\_SQR tel que X = A, TR et M) sur leurs sensibilités vis-à-vis de la masse volumique. (a) Courbes de détection de 2%, 1%, 0.6%, 0.2% puis 2% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> avec un débit de 100ml/min. (b) Courbes d'étalonnage reliant la variation de la fréquence propre à la variation de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> pour chaque structure. (c) Performances et caractéristiques des différents capteurs en termes de fréquence propre ( $f_0$ ), de facteur de qualité ( $Q$ ), de variation de la fréquence propre à 1% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> ( $\Delta f_{0, 1\%}$ ), de bruit estimé par un calcul d'écart-type (*Bruit*), de rapport signal sur bruit ( $RSB = \Delta f_{0, 1\%}/Bruit$ ), de limite de détection ( $LDD(\%)$  pour la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> et  $LDD(mg/l)$  pour la masse volumique du gaz) et de la sensibilité vis-à-vis de la masse volumique ( $S_a$ ).

**Tableau 4.6 :** Valeurs numériques des caractéristiques et performances des différents capteurs X0\_SQR (X = A, TR et M).

Structures	$f_0$ (Hz)	$Q$	$\Delta f_0$ (Hz) <sub>à 1%</sub>	<i>Bruit</i> (mHz)	$RSB$	$LDD$ (%)	$LDD$ (mg/l)	$-S_a$ (Hz.m <sup>3</sup> /kg)
A0_SQR	38850	366	2.60	31.35	83	0.036	0.39	<b>234</b>
TR0_SQR	45809	515	2.60	42.20	62	0.049	0.53	<b>232</b>
M0_SQR	30259	356	1.94	6.89	282	<b>0.011</b>	<b>0.12</b>	174

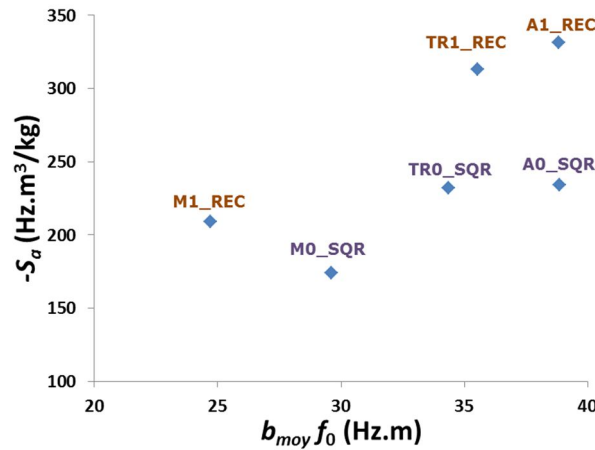
La comparaison entre les structures X0\_SQR et X1\_SQR (X = A, TR et M) est présentée sur la Fig.4.17. On remarque que la sensibilité a été quasiment multipliée par deux pour toutes les géométries (Fig.4.17.a) en diminuant la taille des structures SQR ( $L = L/2$  et  $b = b/2$ ), ce qui confirme l'effet d'échelle indiqué dans le cas des structures A par l'Eq.3.5 ( $b/L^2$ ) et qui montre aussi que cet effet d'échelle est quasiment le même pour les géométries TR et T. On enregistre aussi en même temps une augmentation de la  $LDD$  (Fig.4.17.c) pour les mêmes raisons citées précédemment (augmentation du bruit pour les hautes fréquences, Fig.4.17.b).





**Figure 4.17 :** Influence de la taille des structures carrées (A, TR et M) sur (a) la sensibilité des structures vis-à-vis de la masse volumique du gaz, sur (b) leurs bruits sur la mesure de la fréquence propre ainsi que sur (c) leurs limites de détection de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>.

Nous avons aussi remarqué dans la partie 4.5.3.1 que la diminution de la longueur des structures X1\_SQR pour l'obtention des structures X1\_REC a permis l'amélioration de la sensibilité de ces micropoutres, tout comme le passage des structures X1\_SQR vers X0\_SQR traité dans cette partie. La Fig.4.18 compare les sensibilités en fonction du produit de la largeur moyenne par la fréquence propre ( $b_{moy} f_0$ ), des différentes structures X1\_REC et X0\_SQR ( $X = A, TR$  et  $M$ ). Tout comme la partie 3.5.3.2, on remarque sur cette figure que les structures les plus larges (REC) présentent les meilleures sensibilités en comparant les mêmes géométries. D'autre part, on constate que pour la géométrie X1\_REC ou X0\_SQR, la sensibilité dépend du produit  $b_{moy} f_0$ , plus il est grand, meilleure est la sensibilité. Ceci est tout à fait compatible avec l'Eq.3.4.



**Figure 4.18 :** Sensibilités des structures X1\_REC et X0\_SQR (X = A, TR et M) en fonction du produit de la largeur moyenne par la fréquence propre ( $b_{moy} f_0$ ).

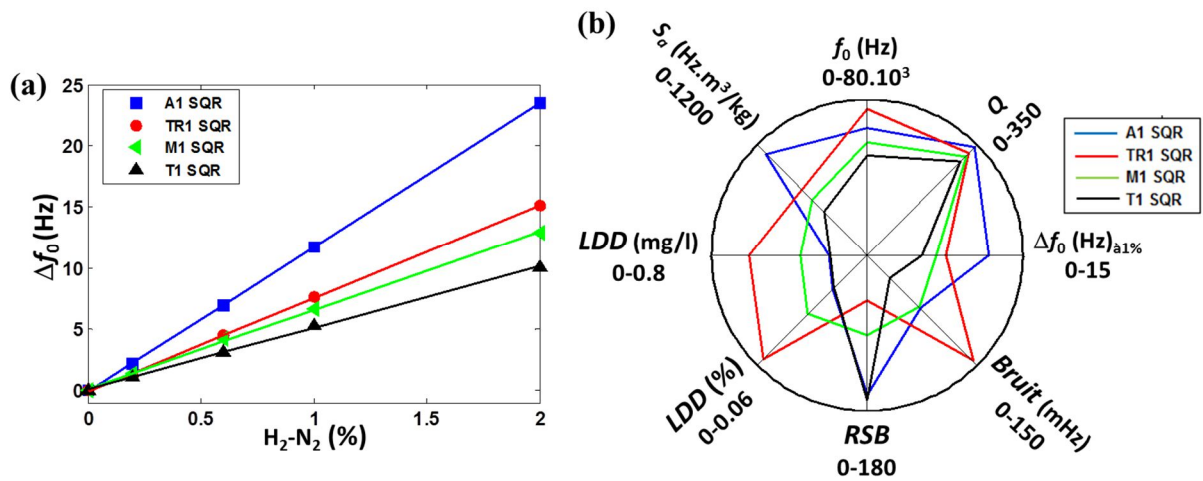
Dans cette partie nous avons montré que quelle que soit la géométrie (A, TR ou M) :

- Diviser par deux la longueur et la largeur des structures (diminution de la taille) permet l'amélioration de la sensibilité d'environ un facteur de deux.
- A longueur totale fixée, augmenter la largeur des structures augmente leurs sensibilités.

Ces deux points se vérifient bien dans l'Eq.3.5 pour la géométrie parallélépipédique (A) et les résultats des expériences montrent que la dépendance de la sensibilité par rapport à  $b/L^2$  est aussi valable pour les autres géométries. Par conséquent, la sensibilité des micropoutres de géométries A, TR, M ou T ne dépend pas de la fréquence propre (ou de résonance), mais dépend du produit  $b_{moy} f_0$ .

#### 4.5.3.3 Investigation du deuxième mode de résonance

Nous analysons dans cette partie le comportement des micropoutres aux seconds modes de résonance. Cette étude a suivi exactement le même protocole expérimental que les deux études précédentes (partie 4.5.3.1-2). Les spectres de résonance ont été enregistrés pour des concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$  allant de 0.2% à 2%, puis traités par la méthode de la linéarisation de la phase pour la mesure de la fréquence propre. La Fig.4.19 montre les résultats de cette étude où on peut voir que l'ordre de la sensibilité des structures X1\_SQR (X = A, TR, M et T) n'a pas changé par rapport aux premiers modes de résonance. On enregistre une amélioration remarquable de la sensibilité et du facteur de qualité comme on peut le voir sur le Tab.4.7 qui compare les performances les premiers et seconds modes de résonance des structures X1\_SQR.

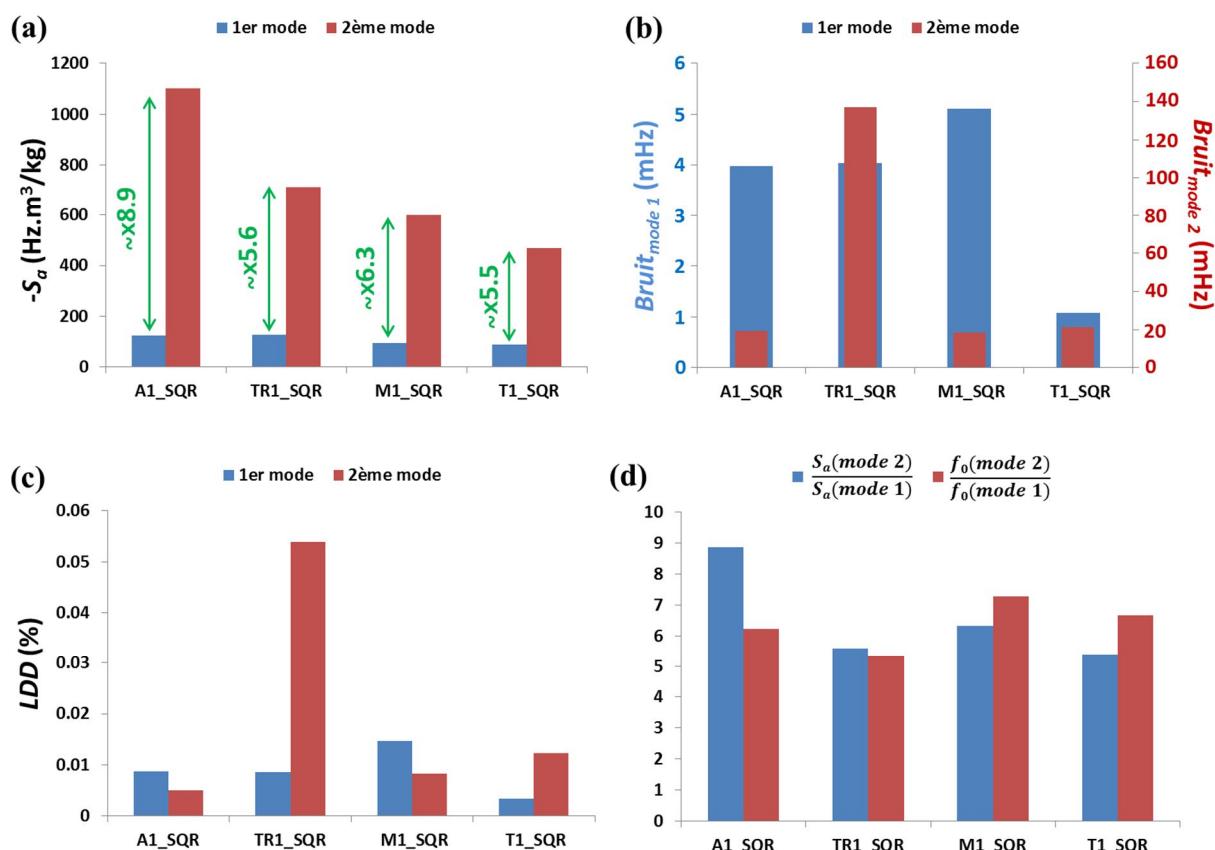


**Figure 4.19 :** Caractéristiques et performances des micropoutres X1\_SQR (X = A, TR, M et T) mesurées au second mode de résonance.

**Tableau 4.7 :** Valeurs numériques des caractéristiques et performances des différents capteurs X1\_SQR (X = A, TR, M ou T) relevées aux premiers et aux seconds modes de résonance.

Structures	Mode	$f_0$ (Hz)	$Q$	$\Delta f_0$ (Hz) <sub>a</sub> 1%	Bruit (Hz)	RSB	LDD (%)	LDD (mg/l)	$-S_a$ (Hz.m <sup>3</sup> /kg)
A1_SQR	1	10436	227	1.377	3.98	344	0.009	0.093	124
	2	65078	342	11.725	19.26	609	0.005	0.053	1101
TR1_SQR	1	14086	302	1.414	4.04	353	0.009	0.092	127
	2	75371	323	7.630	137	56	0.054	0.58	711
M1_SQR	1	7973	186	1.048	5.11	210	0.015	0.16	95
	2	58098	313	6.618	18.36	360	0.0084	0.09	600
T1_SQR	1	7695	170	0.972	1.07	972	0.003	0.036	87
	2	51329	296	5.240	21.36	245	0.0123	0.13	470

La Fig.4.20 s'intéresse plus particulièrement à la sensibilité et à la limite de détection des premiers et seconds modes de résonance. Comme on peut le constater, une amélioration de la sensibilité de plus de cinq fois est enregistrée entre l'utilisation des premiers et seconds modes de résonance (Fig.4.20.d). On remarque aussi que la limite de détection (Fig.2.20.c) ne s'est détériorée que dans le cas de la structure TR1\_SQR, tandis qu'elle a gardé les mêmes ordres de grandeur que les premiers modes de résonance pour le reste des structures, malgré l'augmentation de la fréquence propre (Tab.4.7) et ses conséquences sur le bruit (Fig.4.20.b). A noter aussi que l'on distingue clairement la différence de sensibilité entre les deux géométries A et TR aux seconds modes de résonance (Fig.4.20.a), ce qui confirme le fait que la géométrie A est bien la meilleure en terme de sensibilité à cause du fait que son produit  $b_{moy}f_0$  est bien plus grand que celui de la TR.

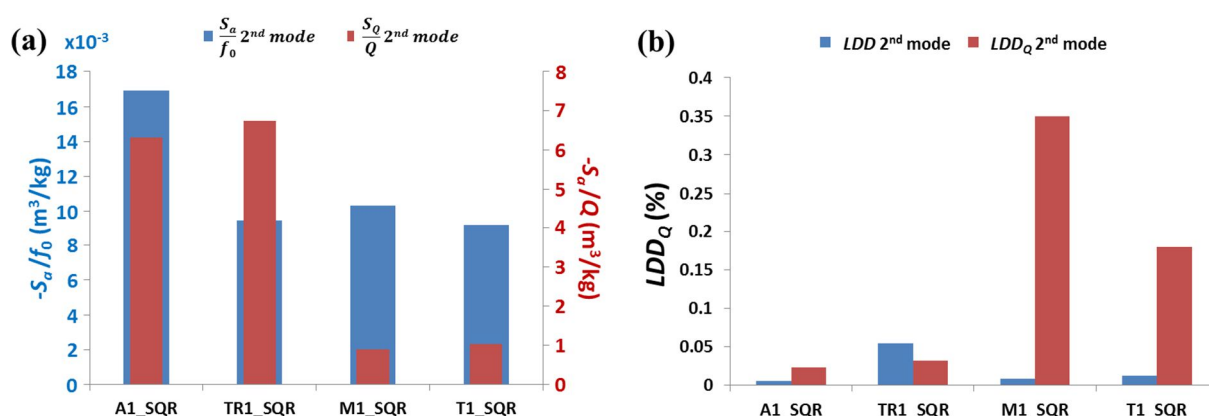


**Figure 4.20 :** Comparaison des premiers et seconds modes de résonance des structures X1\_SQR en termes de (a) sensibilités vis-à-vis de la masse volumique, de (b) bruit sur la mesure de la fréquence propre, de (c) limites de détection de  $\text{H}_2$  dans  $\text{N}_2$  et enfin de (d) rapports entre les sensibilités et les fréquences propres.

Au cours de l'analyse du comportement des seconds modes de résonance, nous avons remarqué que ceux-ci présentent des variations du facteur de qualité ayant de très bons rapports signal sur bruit. Une comparaison entre les performances du suivi des variations du facteur de qualité et le suivi des variations de la fréquence propre est présentée sur le *Tab.4.8* ainsi que sur la *Fig.4.21*. Sur cette dernière, on constate que dans le cas des structures A1\_SQR et TR1\_SQR, le suivi des variations du facteur de qualité aux seconds modes de résonance donne une meilleure variation relative (*Fig.4.21.a*) et donne aussi des limites de détection comparables à celles obtenues avec les mêmes structures (A1 et TR SQR) par le suivi des variations de la fréquence propre (*Fig.4.21.b*). Par conséquent, le suivi des variations du facteur de qualité dans le cas des structures A1\_SQR et TR1\_SQR aux seconds modes de résonance peut également être utilisé pour le suivi des variations de la masse volumique du gaz.

**Tableau 4.8 :** Valeurs numériques des performances du suivi des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité aux second modes de résonance des structure X1\_SQR (X = A, TR, M ou T). Les performances du suivi de la variation du facteur de qualité sont indexées par la lettre 'Q'.

Structures	$\Delta f_0$ (Hz) <sub>à 1%</sub>	$\Delta Q$ à 1%	Bruit (mHz)	Bruit <sub>Q</sub> (x10 <sup>-3</sup> )	RSB	RSB <sub>Q</sub>	LDD (%)	LDD <sub>Q</sub> (%)	-S <sub>a</sub> (Hz.m <sup>3</sup> /kg)	-S <sub>Q</sub> (m <sup>3</sup> /kg)
A1_SQR	11.72	25.7	19.26	195	609	132	0.005	0.023	1101	2165
TR1_SQR	7.63	23.22	137	250	56	93	0.054	0.032	711	2179
M1_SQR	6.62	2.11	18.36	241	360	8.75	0.008	0.35	600	279
T1_SQR	5.24	3.6	21.36	214	245	17	0.012	0.18	470	305



**Figure 4.21 :** Comparaison des performances du suivi des variations relatives de la fréquence propre et du facteur de qualité aux seconds modes de résonance des structures X1\_SQR (X = A, TR, M et T) en termes de (a) sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du gaz et de (b) limite de détection de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>.

#### 4.5.3.4 Bilan des performances des micropoutres sans couche sensible du Lot n°2

L'étude des performances des différents capteurs du Lot n°2 a montré des améliorations remarquables des sensibilités et des facteurs de qualité grâce au dimensionnement de structures plus larges que longue et grâce à l'augmentation de l'épaisseur. Une limite de détection d'environ 30ppm de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> a été estimée pour la structure T1\_SQR principalement en raison de sa géométrie et aux grandes contraintes mécaniques que subit sa jauge de déformation. Le Tab.4.9 montre un comparatif de performances entre des structures du premier et du second lot de micropoutres ayant les mêmes géométries (A et T) et les mêmes longueurs et largeurs totales (*L* et *b*). On y remarque que le Lot n°2 a apporté une amélioration du facteur de qualité et une amélioration considérable de la sensibilité et de la limite de détection de la structure T2\_5μm.

**Tableau 4.9 :** Comparaison entre les structures du Lot n°1 et Lot n°2 ayant les mêmes géométries et les mêmes longueurs et largeurs totale (*L* et *b*).

Micropoutre	Lot n°	Géométrie	<i>L</i> (μm)	<i>b</i> (μm)	<i>h</i> (μm)	<i>f</i> <sub>0</sub> (Hz)	<i>Q</i>	-S <sub>a</sub> (Hz.m <sup>3</sup> /kg)	LDD (%)
A1_5μm	1	A	500	500	5	27099	250	228	0.015
A0_SQR	2	A	500	500	10	38850	366	234	0.036
A2_5μm	1	A	1000	1000	5	7082	120	117	0.01
A1_SQR	2	A	1000	1000	10	10436	227	124	0.009
T2_5μm	1	T	1000	1000	5	3480	92	53	0.02
T1_SQR	2	T	1000	1000	10	7695	170	87	<b>0.003</b>

D'autre part, l'amélioration de la sensibilité s'accompagne souvent d'une augmentation de la fréquence propre (ou de résonance), ce qui détériore très souvent la limite de détection à cause de l'augmentation du bruit. A noter que la sensibilité des structures vis-à-vis de la masse volumique dépend principalement de la géométrie et non pas de la fréquence propre qui n'intervient que dans le mode de résonance. Ce propos se justifie par les trois points suivants observés durant l'étude de l'influence de la géométrie :

- Dans la partie 3.5.3.1, nous avons montré que l'épaisseur n'a pas d'influence sur la sensibilité alors que la fréquence propre en dépend.
- Théoriquement, la largeur des structures n'a pas d'influence sur la fréquence propre (Eq.1.4) alors que la sensibilité (Eq.3.5) en dépend. La comparaison entre les structures X1\_REC et X0\_SQR ( $X = A, TR \text{ et } M$ , Fig.4.189) de mêmes longueurs et épaisseurs totales ( $L$  et  $h$ ) a montré que les structures les plus larges, X1\_REC, sont les plus sensibles même lorsque leurs fréquences propres sont inférieures à celles des structures X0\_SQR (en raison des défauts de gravure [FAD11]).
- Pour les mêmes longueur, largeur et épaisseur totales, les géométrie de poutre ayant un produit largeur fois fréquence propre le plus grand ( $b_{moy} f_0$ ) ont la meilleure sensibilité (Fig.4.18). La géométrie parallélépipédique est la meilleure en termes de sensibilité.

L'utilisation des deuxièmes modes de résonance a permis une amélioration considérable de la sensibilité des structures A1\_SQR et TR1\_SQR tout en gardant des limites de détection comparables à celle des premiers modes. En outre, le suivi des variations du facteur de qualité dans ce cas s'est avéré beaucoup plus sensible que le suivi des variations de la fréquence propre.

#### 4.5.4 Etude préliminaire des micropoutres fonctionnalisées au palladium

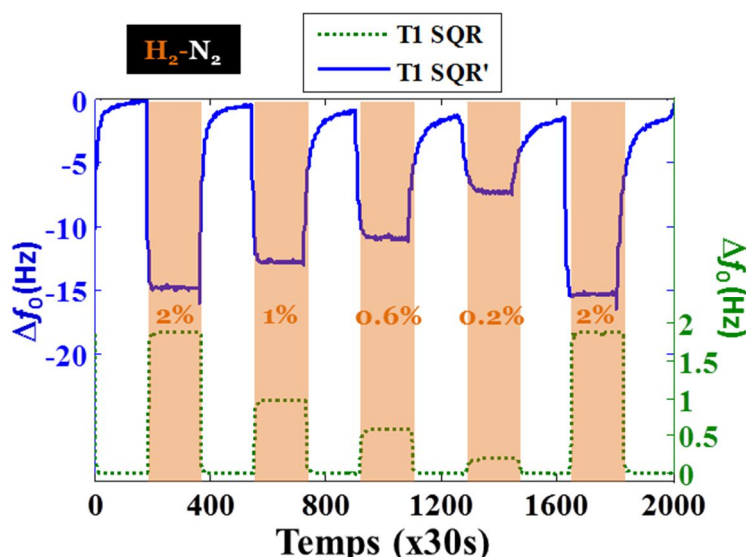
Les performances de certaines micropoutres avec la couche du palladium ont été investiguées. Nous présentons dans cette partie les résultats préliminaires obtenus sur les structures A1\_SQR', M1\_SQR' et T1\_SQR' (l'apostrophe indique la présence du palladium sur la structure). Nous souhaitons à travers cette étude connaître les avantages et inconvénients de la présence du palladium pour la détection d'hydrogène.

Un premier test a été réalisé en utilisant les micropoutres T1\_SQR' et T1\_SQR soumises à différentes concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$  (0.2%-2% avec un débit de 100ml/min) et en traitant les spectres de phase mesurés par l'analyseur gain/phase. La Fig.4.22 montre les courbes de détection obtenue où on peut constater sur la structure T1\_SQR' que :

- L'absorption de l'hydrogène dans le palladium provoque bien un ajout de masse sur la micropoutre qui se traduit par une diminution de la fréquence propre.
- La réponse du capteur n'est pas linéaire.
- Les dynamiques d'absorption et de désorption de  $H_2$  sont relativement lentes.

Ces deux derniers points nous incitent d'abord à diminuer les concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$  dans les tests suivants pour tenter de trouver une zone de réponse quasi-linéaire, mais aussi à trouver un moyen de réduire le temps de traitement pour réduire le temps des caractérisations. Le fait que la réponse du capteur ne soit pas linéaire est tout à fait normal compte tenu de la loi de Sievert [HUG92, LEE10] qui indique que la quantité d'hydrogène absorbée dans le film du Pd est proportionnelle à la racine carrée de la pression partielle de  $H_2$  et donc à sa concentration.

Dans les expériences suivantes, les concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$  ont été diminuées pour aller de 0.025% à 0.2% (ou de 250ppm à 2000ppm) et le circuit oscillateur a été utilisé pour le suivi des variations de la fréquence propre. Ce circuit permet à la fois de s'affranchir du traitement des données et d'avoir une mesure directe de la fréquence propre des micropoutres (temps réel) mais aussi d'effectuer une mesure différentielle, c'est-à-dire, mettre en oscillation, simultanément, une micropoutre fonctionnalisée et une micropoutre non fonctionnalisée. Cette démarche permet en effet de soustraire les effets indésirables (ex : la masse volumique, la température, *etc.*) sur la réponse des micropoutres fonctionnalisées.



**Figure 4.22 :** Réponses simultanées des micropoutres T1\_SQR' (avec Pd) et T1\_SQR (sans Pd) aux différentes concentrations de  $H_2$  dans  $N_2$  allant de 0.2% à 2% avec un débit de gaz de 100ml/min. Les deux courbes de détection ont été obtenues en traitant les spectres de phase mesurés grâce à l'analyseur de réseaux *Agilent E5061B*.

#### 4.5.4.1 Analyse de la sensibilité de micropoutres fonctionnalisées avec du palladium

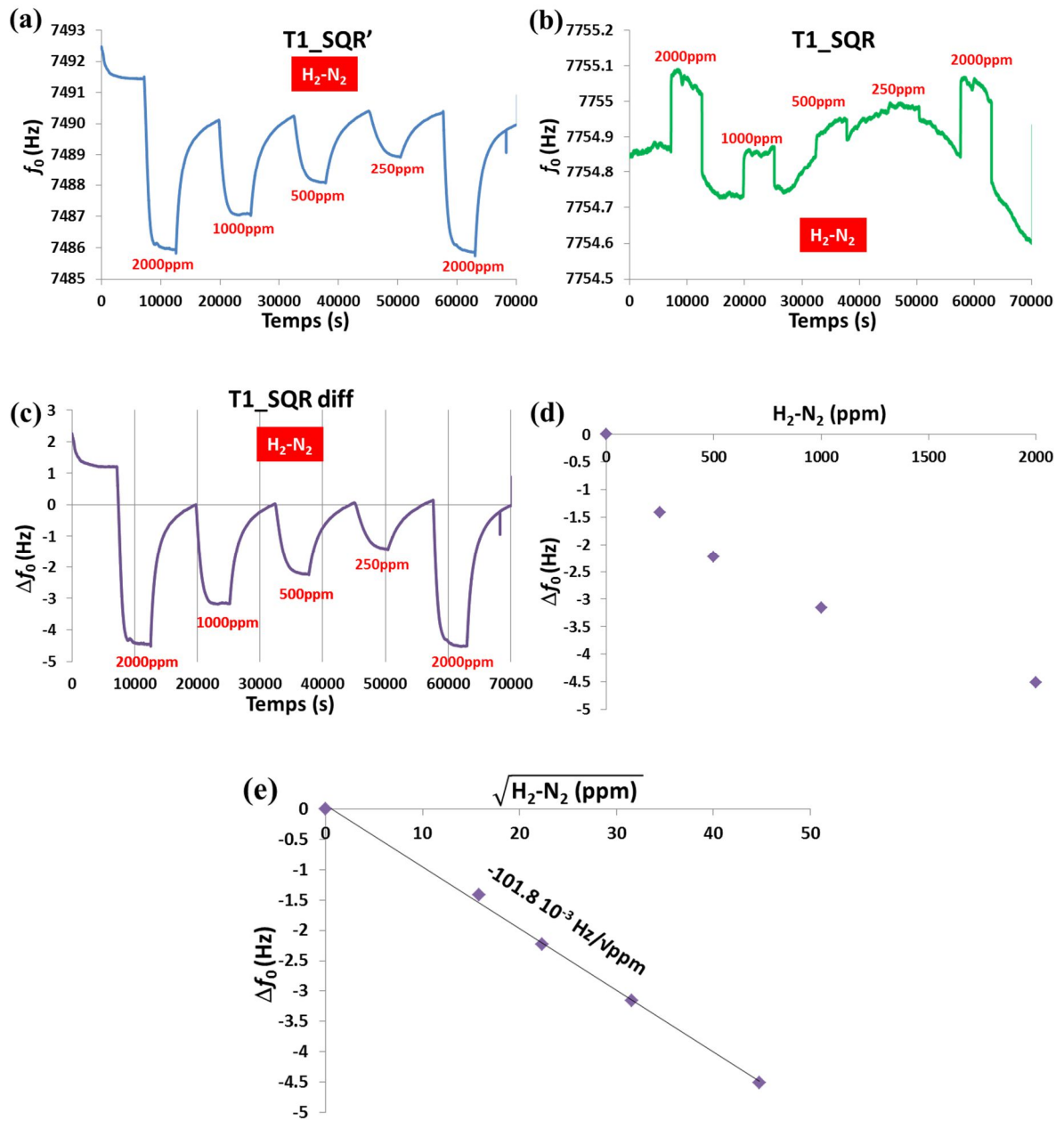
Cette étude concerne les géométries T1\_SQR, M1\_SQR et A1\_SQR qui sont mises en oscillations forcées grâce à la carte oscillateur présentée dans la partie 4.4.1.2. De l'hydrogène a été dilué dans de l'azote à des concentrations allant de 250ppm à 2000ppm avec un débit de 500ml/min. Chaque séquence de concentration de  $H_2$  (absorption) dure 1heure et 30minutes, tandis que les séquences de  $N_2$  (désorption) durent 2heures chacune. A chaque fois, deux fréquences propres de deux géométries identiques avec et sans palladium (sur une même puce) sont mesurées aux deux sorties de la carte oscillateur grâce à un fréquencesmètre à deux voies (*Agilent 53131A*).

Les *Figs.4.23-24* montrent les courbes de détection obtenues pour les géométries T1\_SQR et M1\_SQR. On remarque sur ces deux figures que des diminutions des fréquences propres ont bien eu lieu à cause de l'absorption de  $H_2$  dans le Pd qui modifie la masse effective des deux structures T1\_SQR' et M1\_SQR' (*Figs.4.23-24.a*). D'autre part, on remarque aussi que les micropoutres sans Pd (T1\_SQR et M1\_SQR) réagissent bien à la variation de la masse volumique du gaz environnant en manifestant des variations positives de la fréquence propre en présence de  $H_2$  dans  $N_2$  (*Figs.4.23-24.b*). Ce phénomène est plus accentué sur la *Fig.4.23.b* où la micropoutre T1\_SQR a subi des variations des conditions atmosphériques (pression et température atmosphériques) relativement importante pendant



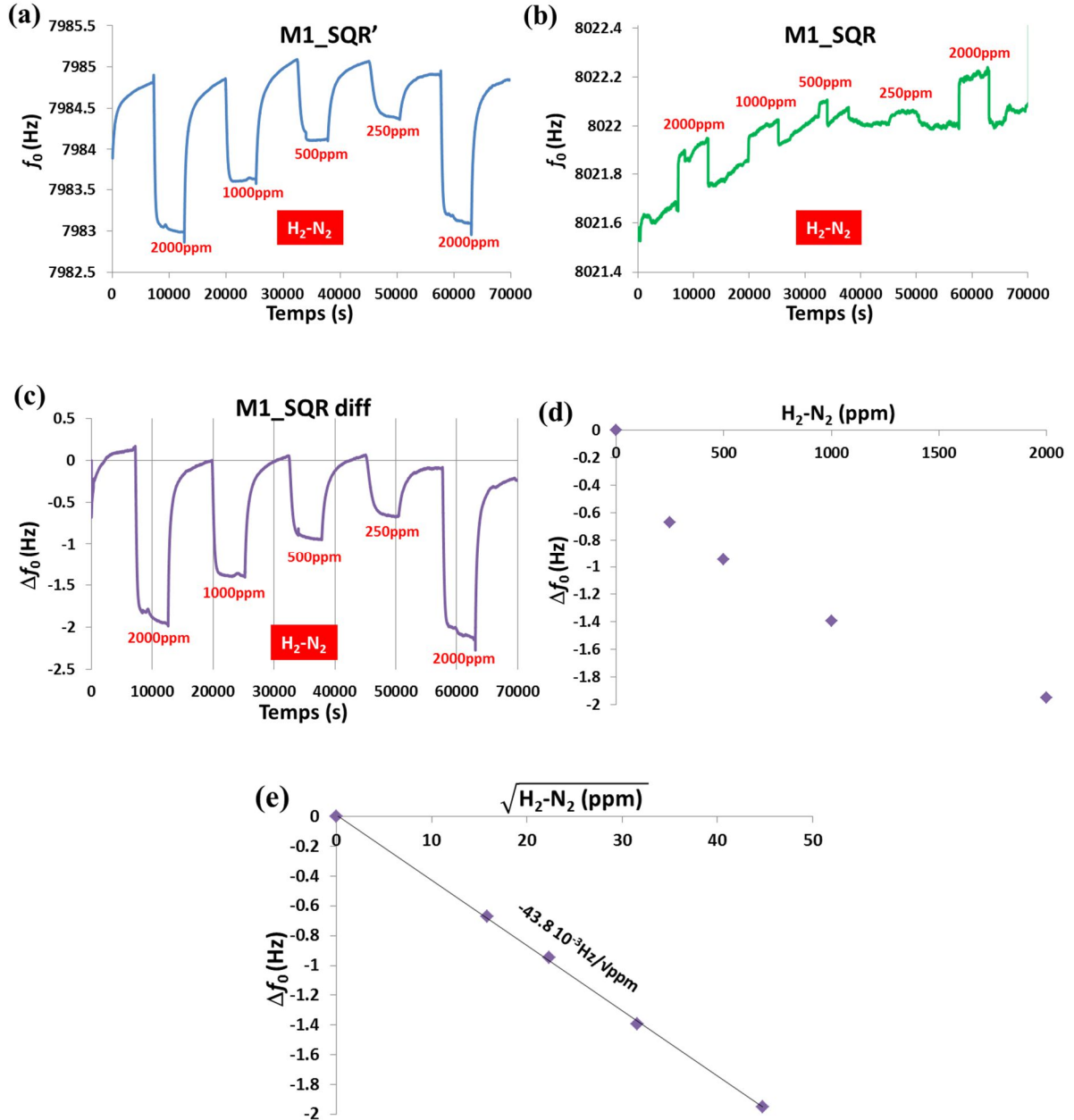
les 19heures et 30minutes de son fonctionnement. Ces variations de la masse volumique ont aussi été subies par les micropoutres fonctionnalisées, mais leur impact sur leurs fréquences propres sont minimales par rapport à l'effet de l'absorption de H<sub>2</sub>. Afin d'annuler l'effet de la variation de la masse volumique sur la réponse des micropoutres fonctionnalisées, une soustraction entre la réponse du capteur d'hydrogène (micropoutre avec couche de Pd) et la réponse du capteur de la masse volumique (micropoutre sans Pd) est effectuée comme on peut le voir sur les Figs.4.23-24.c ( $\Delta f_0 = f_{0\_X1\_SQR} - f_{0\_X1\_SQR'} \times f_{0\_X1\_SQR} (0\%H_2) / f_{0\_X1\_SQR'} (0\%H_2)$  avec X = T et M).

Sur ces deux dernières courbes de détection, on constate que les réponses ne sont toujours pas linéaires (voir Figs.4.23-24.d), malgré la diminution de la concentration de H<sub>2</sub>. Des réponses quasi-linéaires devraient se produire pour des concentrations plus basses. En revanche, comme on peut le voir sur les Figs.2.23-24.e, les variations des fréquences propres en fonction de la racine carrée de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> sont bien linéaires, conformément à la loi de Sievert.



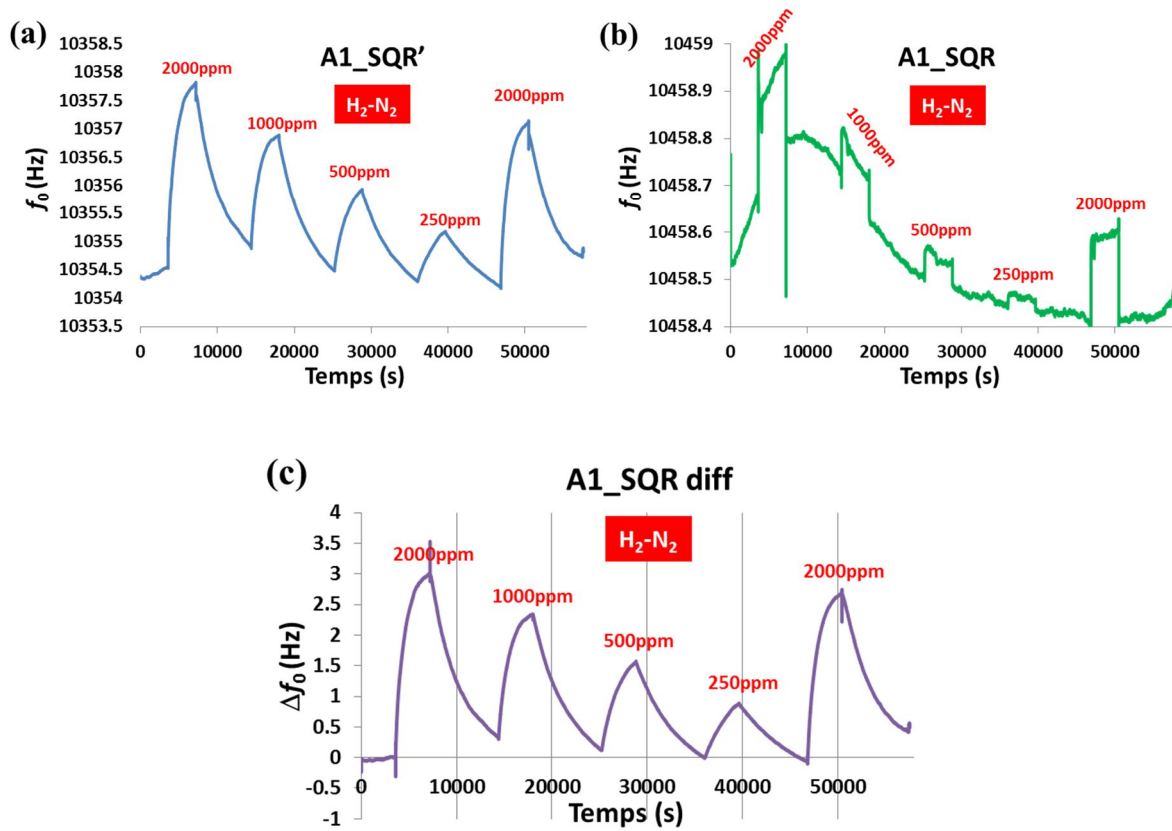


**Figure 4.23 :** (a) Variation de la fréquence propre en raison de l'absorption de H<sub>2</sub> dans la couche de Pd de la structure T1\_SQR'. (b) Variation de la fréquence propre en raison de la variation de la masse volumique du gaz environnant de la structure T1\_SQR. (c) Mesure différentielle de la fréquence propre entre les structures T1\_SQR' et T1\_SQR où  $\Delta f_0 = f_{0\text{ T1\_SQR}} - f_{0\text{ T1\_SQR}'} \times f_{0\text{ T1\_SQR}}(0\%\text{H}_2)/f_{0\text{ T1\_SQR}'}(0\%\text{H}_2)$ . (d) Variation de la fréquence propre de la structure T1\_SQR' (effet de masse) en fonction de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> en ppm. (e) Variation de la fréquence propre de la structure T1\_SQR' (effet de masse) en fonction de la racine carrée de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> en  $\sqrt{\text{ppm}}$ .



**Figure 4.24 :** (a) Variation de la fréquence propre en raison de l'absorption de H<sub>2</sub> dans la couche de Pd de la structure M1\_SQR'. (b) Variation de la fréquence propre en raison de la variation de la masse volumique du gaz environnant de la structure M1\_SQR. (c) Mesure différentielle de la fréquence propre entre les structures M1\_SQR' et M1\_SQR où  $\Delta f_0 = f_{0\text{ M1\_SQR}} - f_{0\text{ M1\_SQR}'} \times f_{0\text{ M1\_SQR}}(0\%\text{H}_2)/f_{0\text{ M1\_SQR}'}(0\%\text{H}_2)$ . (d) Variation de la fréquence propre de la structure M1\_SQR' (effet de masse) en fonction de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> en ppm. (e) Variation de la fréquence propre de la structure M1\_SQR' (effet de masse) en fonction de la racine carrée de la concentration de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> en  $\sqrt{\text{ppm}}$ .

Les courbes de détection relatives des structures A1\_SQR' et A1\_SQR ainsi que la mesure différentielle sont présentées sur la Fig.4.25. Contrairement à ce que l'on peut s'attendre, la fréquence propre de la structure A1\_SQR' augmente en présence de H<sub>2</sub> tout comme la structure A1\_SQR. Ce phénomène ne peut être dû qu'à une augmentation de la rigidité de la bicouche Si-Pd quand H<sub>2</sub> est absorbé dans le Pd. En effet, la diffusion des atomes de l'hydrogène dans le volume de la couche de Pd provoque un phénomène d'expansion, ce qui crée bien évidemment un effet bilame entre la micropoutre en Si et la couche du Pd. Un effet de masse ayant tendance à faire diminuer la fréquence propre existe aussi sur cette géométrie (A1\_SQR) tout comme les géométries T1\_SQR et M1\_SQR étudiées précédemment. La différence c'est que dans ce cas, l'effet de la modification de la rigidité de la structure (augmentation du module d'Young élastique en l'absorption de H<sub>2</sub>) domine l'effet de masse, contrairement aux deux structures T1\_SQR' et M1\_SQR'.



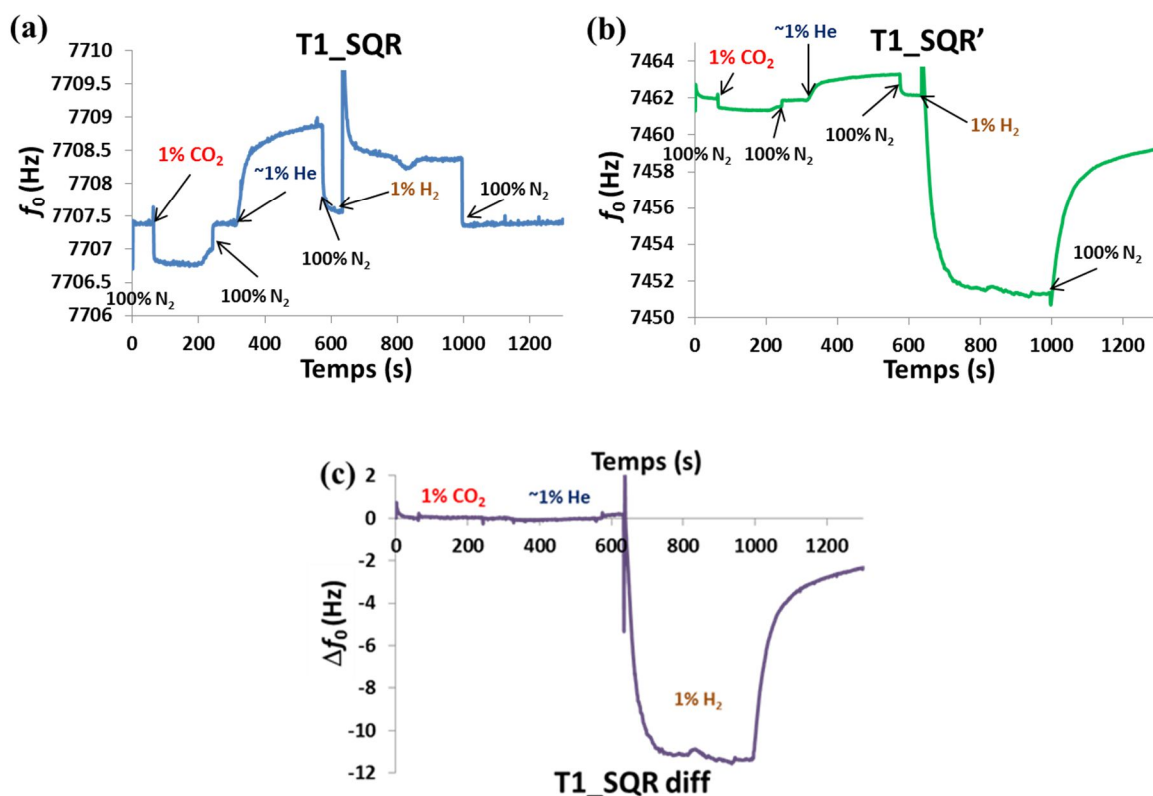
**Figure 4.25 :** (a) Variation de la fréquence propre en raison de l'absorption de H<sub>2</sub> dans la couche de Pd de la structure A1\_SQR'. (b) Variation de la fréquence propre en raison de la variation de la masse volumique du gaz environnant de la structure A1\_SQR. (c) Mesure différentielle de la fréquence propre entre les structures A1\_SQR' et A1\_SQR où  $\Delta f_0 = f_{0 \text{ A1\_SQR}} - f_{0 \text{ A1\_SQR}'} \times f_{0 \text{ A1\_SQR}}(0\% \text{ H}_2) / f_{0 \text{ A1\_SQR}'}(0\% \text{ H}_2)$ .

#### 4.5.4.2 Analyse de la sélectivité et estimation des temps de réponse

Un test de sélectivité a été réalisé sur la géométrie T1\_SQR avec et sans palladium. Comme on peut le voir sur les Fig.4.26.a-b, du CO<sub>2</sub>, He et H<sub>2</sub> ont été dilués séparément dans N<sub>2</sub>. Le circuit oscillateur a été utilisé pour la mise en oscillation entretenue des deux micropoutres T1\_SQR et T1\_SQR'. On remarque des variations négatives de la fréquence propre dans le cas du CO<sub>2</sub> et une variation positive dans le cas de He pour les deux structures avec et sans Pd, ce qui témoigne d'un effet

dominant de la variation de la masse volumique par rapport à l'effet d'absorption (effet de masse). Quant au cas de  $H_2$ , ce gaz est absorbé dans la couche de Pd et diminue au même temps la masse volumique du gaz environnant, ce qui se traduit par une fréquence propre qui diminue dans le cas de la structure T1\_SQR' et une fréquence propre qui augmente dans le cas de la structure T1\_SQR.

L'opération de soustraction des deux variations de fréquences propres relatives aux micropoutres T1\_SQR' et T1\_SQR permet d'éliminer l'effet de la masse volumique sur ces deux structures et ne garder que l'effet de masse, et donc l'effet d'absorption dans la micropoutre fonctionnalisée. Le résultat de cette opération est présenté sur la Fig. 4.26.c (les deux structures n'ont pas la même fréquence propre à 100% de  $N_2$ ,  $\Delta f_0$  est donc ramené à l'origine par :  $\Delta f_0 = f_{0 \text{ T1\_SQR}} - f_{0 \text{ T1\_SQR}'} \times f_{0 \text{ T1\_SQR}} (0\% H_2) / f_{0 \text{ T1\_SQR}'} (0\% H_2)$ ) où on peut constater que la couche du Pd présente une très bonne sélectivité à  $H_2$  et qu'il n'y a quasiment pas de variation de la fréquence propre dans le cas du  $CO_2$  et de He. Par ailleurs, les temps de montée ( $t_{90}$ ) et de recouvrement ( $t_{10}$ ) relatifs à une absorption et une désorption de 1% de  $H_2$  dans  $N_2$  ont été respectivement estimés à 10 minutes et à 45 minutes.



**Figure 4.26 :** Test de sélectivité à  $H_2$  réalisé simultanément avec les deux structures T1\_SQR (sans Pd) et T1\_SQR' (avec Pd) en utilisant le circuit oscillateur et en utilisant les deux gaz interférents  $CO_2$  et He. (a) Réponse de la structure T2\_SQR' face aux variations des concentrations de  $CO_2$ , He et  $H_2$  dans  $N_2$ . (b) Mesure de la variation de la masse volumique causée par la variation des concentrations de  $CO_2$ , He et  $H_2$  dans  $N_2$ . (c) Mesure différentielle entre les deux structures T1\_SQR' et T1\_SQR.

#### 4.5.4.3 Bilan des performances des micropoutres avec Pd du Lot n°2

L'analyse préliminaire des performances des micropoutres fonctionnalisées avec du palladium a montré leur bonne sensibilité et sélectivité à l'hydrogène. En revanche, la non-linéarité et la lenteur de leurs réponses constituent les deux défauts majeurs constatés sur ce type de capteur.

Pour pallier au problème de non-linéarité, il est possible d'utiliser des alliages de Pd au lieu du Pd pur, comme le Pd-Ag ou le Pd-Ni [OKU00, HUG92], mais cela diminue l'affinité de ces alliages à  $H_2$ , par rapport au pure Pd. D'autre part, il est aussi possible d'accélérer les dynamiques d'absorption/désorption (temps de réponse et de recouvrement) de  $H_2$ . Les deux solutions les plus connues sont l'élévation de la température de fonctionnement [LIU01, HEN12] et l'utilisation de films de Pd nanostructurés et poreux [PAT10]. Une autre suggestion consiste à réduire l'épaisseur de la couche de Pd [LEE10, PT10], ce qui permet entre autre de limiter les problèmes de délaminage récurrents dans les films en Pd. En effet, ce problème se produit lorsque le nombre d'atome diffusés dans le Pd est important ( $H/Pd > 0.015$  [GEO08, LEE10]), ce qui provoque de fortes contraintes mécaniques entre la couche de Pd et le substrat (micropoutre). Afin d'améliorer les performances des micropoutres fonctionnalisées avec du Pd, Chou *et al.* [CHO08] proposent le dépôt du Pd par pulvérisation et par tranche sur les micropoutres afin d'augmenter son adhésion et d'améliorer ses performances de détection notamment en termes de limite de détection et de temps de réponse.

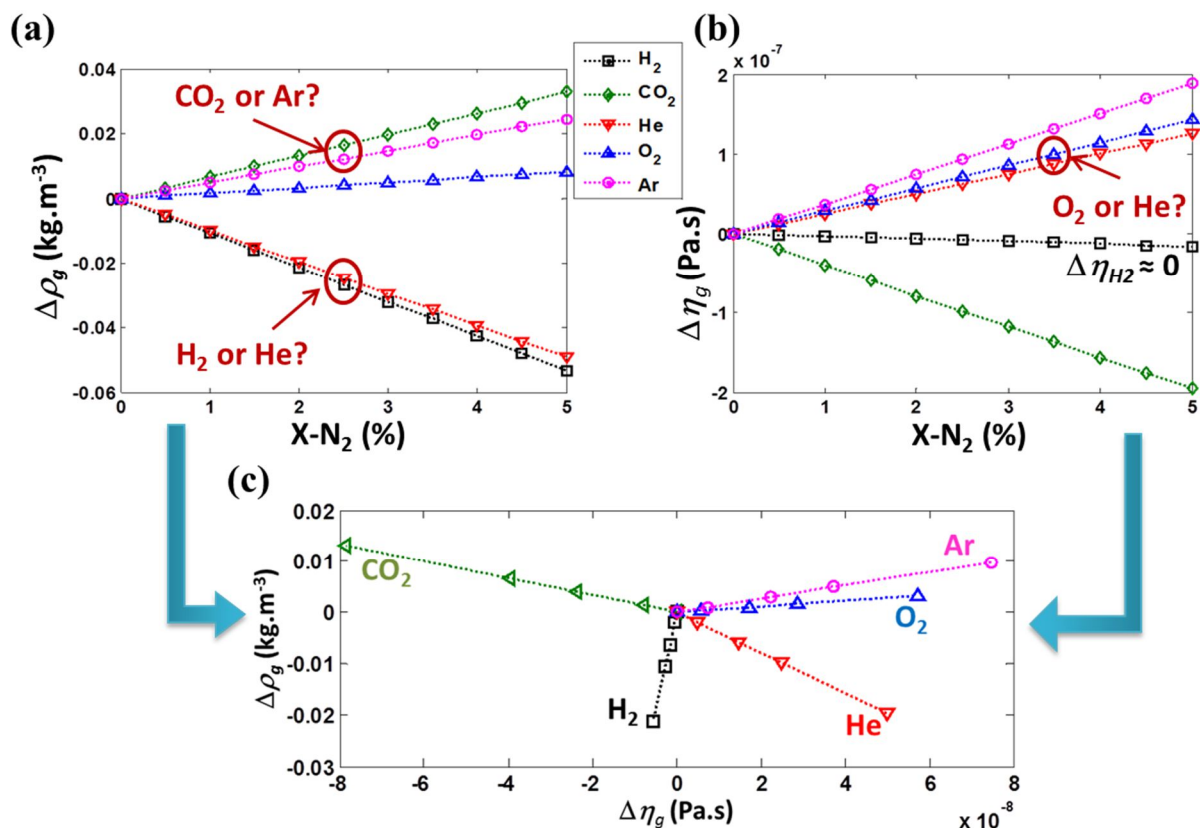
#### 4.6 Mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité du gaz en vue d'une identification de l'hydrogène

Une amélioration considérable de la sensibilité des micropoutres sans couche sensible vis-à-vis des variations de la masse volumique du gaz a été réalisée dans ces travaux de recherche. Avec certaines structures, la mesure simultanée des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité est possible pour des variations de la masse volumique généralement supérieures à 2.1mg/l (ou 0.2% de  $H_2$  dans  $N_2$ ). Grâce à cela, il est donc tout à fait possible de mesurer simultanément les variations de la masse volumique et de la viscosité du gaz. La mesure de ses propriétés est très utilisée dans de nombreuses applications telles que l'industrie du gaz, de la pharmacie, de l'agroalimentaire, *etc.* [LIN09, WAU11, DIA14]. Contrairement aux liquides, la viscosité des gaz est très faible (quelques  $\mu Pa.s$  dans les conditions atmosphériques) ce qui rend sa mesure très difficile.

On trouve dans la littérature des exemples limités de capteurs de la masse volumique et de la viscosité des gaz [IGA07, SEI09, SEL11, WAU11, LOT14]. Dans le cas d'une micropoutre sans couche sensible, son comportement dynamique dépend exclusivement de la géométrie de la structure, du matériau utilisé et des propriétés physiques de son environnement, à savoir, la masse volumique et la viscosité. En analysant la variation de ces deux derniers paramètres en fonction de la concentration de certains gaz comme l'oxygène ( $O_2$ ), le dioxyde de carbone ( $CO_2$ ), l'hélium (He) ou l'argon (Ar) dans l'azote ( $N_2$ ), on s'aperçoit que la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité permet à la fois une quantification et une identification d'un gaz dans certaines conditions (*Fig.4.27*). En effet, si l'on prend l'exemple d'une fuite de  $CO_2$  ou d'Ar (dans l'air ou dans  $N_2$ ), la mesure seule de la masse volumique ne permet pas d'identifier le gaz qui fuit (la masse volumique augmente dans les deux cas, (*Fig.4.27.a*)). En revanche, la mesure supplémentaire de la viscosité permet de distinguer les deux gaz comme on peut le voir sur la *Fig.4.27.b*. En outre, la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité dans ce cas permet non seulement l'identification du gaz qui fuit mais aussi sa concentration. D'autre part, le même raisonnement peut aussi être appliqué pour le cas de l'oxygène et de l'hélium, la mesure seule de la viscosité ne permet pas l'identification de l'un des deux gaz (*Fig.4.27.b*), chose qui peut être assurée par une mesure supplémentaire de la masse volumique (*Fig.4.27.a*).

A présent, si l'on prend le cas de l'hydrogène, on remarque que la variation de sa viscosité est très faible par rapport aux autres gaz et que la variation de sa masse volumique est similaire à celle de l'hélium. Par conséquent, une mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité permet de

distinguer l'hydrogène de l'hélium. Par ailleurs, toute variation de la masse volumique d'un mélange de gaz ne s'accompagnant pas d'une variation de la viscosité, signifie une évolution de la concentration de l'hydrogène, ce qui peut être un autre moyen physique permettant sa détection. La Fig.4.27.c montre clairement l'intérêt d'une telle approche qui consiste à mesurer simultanément la masse volumique et la viscosité en vue d'une identification de gaz ou de détection d'hydrogène.



**Figure 4.27** : Identification de gaz par la mesure simultanée de (a) la masse volumique et de (b) la viscosité. (c) Variation de la masse volumique et de la viscosité de gaz en fonction de leurs concentrations (0%, 1%, 2%, 3%, 4% et 5%) dans l'azote.

Dans cette partie, le modèle permettant de prendre en compte l'effet de la masse volumique et de la viscosité sur la fréquence propre et sur le facteur de qualité est présenté. Une comparaison entre les mesures des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité en fonction de la composition du gaz (CO<sub>2</sub> ou H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>) ainsi que les prévisions du modèle sont effectuées. Etant donné que ce modèle ne peut être appliqué que dans le cas où la géométrie et les déplacements de la micropoutre respectent les conditions d'Euler-Bernoulli (partie 1.4.2.1), une méthode d'étalonnage est utilisée pour une géométrie qui ne respecte pas ces conditions, mais qui présente de plus grandes variations de la fréquence propre et du facteur de qualité pour les mêmes concentrations de CO<sub>2</sub> ou H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>.

#### 4.6.1 Vérification du modèle de Sader pour l'estimation de la fréquence propre et du facteur de qualité

Dans le chapitre 1, un modèle analytique régissant l'interaction entre le fluide et la structure vibrante d'une micropoutre de section rectangulaire respectant les conditions d'Euler-Bernoulli a été

présenté. Le développement de ce modèle a permis l'expression de la fréquence propre et du facteur de qualité en fonction de la masse volumique et de la viscosité du fluide (*Eqs. 1.33-34*). Comme nous l'avons déjà démontré dans la partie 3.5.4, les variations de la fréquence propre d'une structure (ALN\_5μ) ayant une longueur ( $L$ ) de 2000μm, une largeur ( $b$ ) de 400μm et une épaisseur ( $h$ ) de 5μm ont été bien prédites par le modèle de Sader et en négligeant l'effet de la variation de la viscosité du gaz (H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>).

Néanmoins, une prise en compte à la fois de l'effet de la variation de la masse volumique et de la viscosité du gaz dans la variation de la fréquence propre et du facteur de qualité est possible grâce aux *Eqs. 1.33-34*. Contrairement au cas de la masse volumique, le calcul de la viscosité d'un mélange de gaz binaire est plus délicat. Une expression approximative de la viscosité des mélanges de gaz en fonction de la viscosité des composants a été proposée en 1895 par Sutherland [SUT95] :

$$\eta_g = \frac{x_1 \eta_1}{x_1 + (1-x_1)\Phi_{12}} + \frac{(1-x_1)\eta_2}{1 + (\Phi_{21}-1)x_1} \quad (4.25)$$

Avec  $\eta_n$  et  $x_n$  ( $n = 1,2$ ) sont respectivement les viscosités et les fractions volumiques du gaz 1 et du gaz 2.

Concernant les expressions des paramètres  $\Phi_{12}$  et  $\Phi_{21}$ , Wilke propose l'expression suivante [WIL50] :

$$\Phi_{12} = \left[ 8 \left( 1 + \frac{M_1}{M_2} \right) \right]^{-1/2} \left[ 1 + \left( \frac{\eta_1}{\eta_2} \right)^{1/2} \left( \frac{M_2}{M_1} \right)^{1/4} \right]^2 \quad (4.26.a)$$

$$\Phi_{12} = \left[ 8 \left( 1 + \frac{M_2}{M_1} \right) \right]^{-1/2} \left[ 1 + \left( \frac{\eta_2}{\eta_1} \right)^{1/2} \left( \frac{M_1}{M_2} \right)^{1/4} \right]^2 \quad (4.26.b)$$

Où  $M_1$  et  $M_2$  sont les masses molaires des deux gaz. La viscosité d'un gaz à température  $T(K)$  peut être estimée par [GOS91] :

$$\eta_g = 2.6693 \cdot 10^{-6} \frac{\sqrt{M_g T}}{\sigma^2 \Omega^{(2.2)*}} \quad (4.27)$$

Avec  $\sigma$  un paramètre de longueur dans le potentiel d'interaction (Å) et  $\Omega^{(2.2)*}$  l'intégrale double de collision pour le potentiel de Lennard-Jones :

$$\Omega^{(2.2)*} = 1.1614 (T^*)^{-0.1487} + 0.5249 e^{-0.7732 T^*} + 2.1618 e^{-2.4378 T^*} \quad (4.28)$$

Telle que  $T^*$  est une température normalisée définie comme :

$$T^* = \frac{kT}{\varepsilon} \quad (4.29)$$

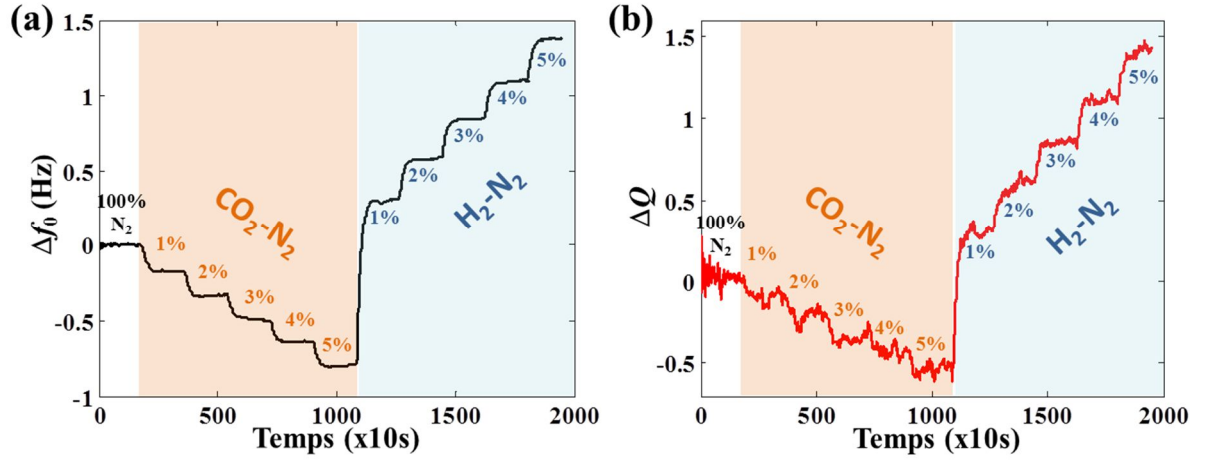
Avec  $k$  la constante de Boltzmann et  $\varepsilon$  le paramètre d'énergie dans le potentiel d'interaction.

En effet, c'est en utilisant les *Eqs.4.25-29* que les viscosités ( $T = 25^\circ\text{C}$ ), puis leurs variations, en fonction de la concentration de  $\text{H}_2$  dans  $\text{N}_2$  que la courbe *Fig.4.27.b* a été tracée. Les masses volumiques correspondantes (*Fig.4.27.a*) ont été calculées ( $T = 25^\circ\text{C}$ ,  $P = 101.325\text{kPa}$ ) par :

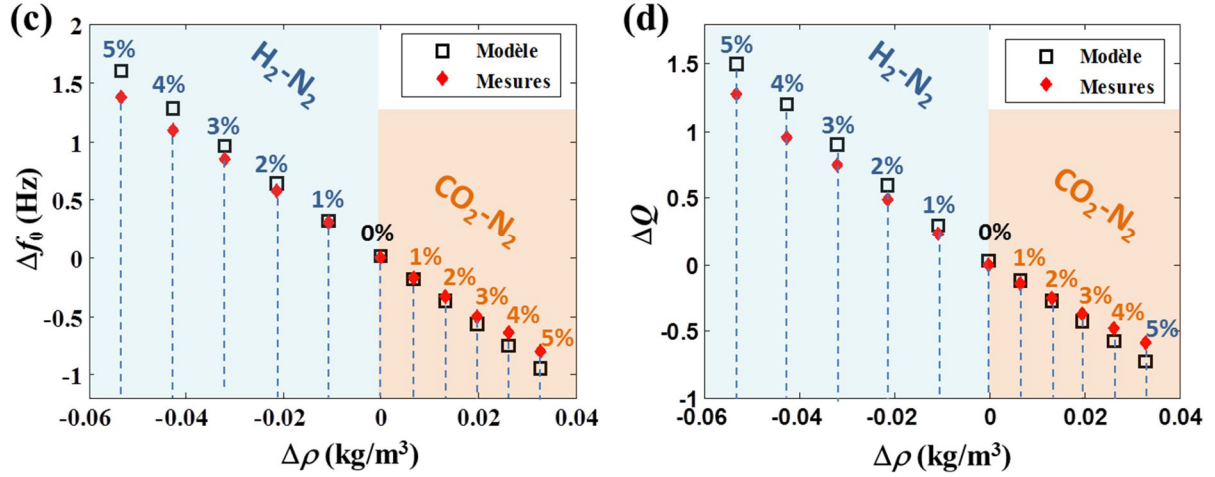
$$\rho_g = x_1\rho_1 + (1-x_1)\rho_2 \quad (4.30)$$

Où  $\rho_1$  et  $\rho_2$  sont respectivement les masses volumiques de  $\text{H}_2$  et de  $\text{N}_2$ .

Afin de vérifier la validité des *Eqs.1.33-34*, une mesure de  $f_0$  et de  $Q$  a été effectuée avec la micropoutre ALN\_5 $\mu$  et avec des concentrations de  $\text{H}_2$  et de  $\text{CO}_2$  dans  $\text{N}_2$  allant de 1% à 5%. Les variations de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ) et du facteur de qualité ( $\Delta Q$ ) mesurées et calculées sont présentées sur la *Fig.4.28*. On remarque que les variations du facteur de qualité ont un faible rapport signal sur bruit (*RSB*), contrairement aux variations de la fréquence propre (*Fig.4.28.a-b*). L'estimation des variations de  $f_0$  et de  $Q$  par le modèle montre un très bon accord avec les mesures (*Fig.4.28-c-d*) avec une erreur relative maximale d'environ  $\pm 16\%$  sur l'estimation de la variation de la fréquence propre, de surcroît, principalement causée par les défauts de gravure [FAD11]. Quant à l'estimation de la variation du facteur de qualité, l'erreur relative est estimée à  $\pm 18.5\%$ , causée à la fois par l'erreur sur l'estimation de la variation de  $f_0$  ( $Q$  dépend de  $f_0$ , *Eq.1.34*), mais aussi par le faible rapport signal sur bruit que présente la mesure des variations de  $Q$ . De plus, l'estimation du facteur de qualité visqueux (dû aux pertes visqueuses) par le modèle est d'environ 59 alors que la mesure du facteur de qualité total correspond à environ 61. Ce résultat montre que le modèle permet de prévoir les valeurs du facteur de qualité visqueux et il montre aussi que les pertes visqueuses sont dominantes.







**Figure 4.28 :** Vérification du modèle de Sader pour l'estimation des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité en utilisant une micropoutre de dimensions  $L \times b \times h = 2000 \times 400 \times 5 \mu\text{m}^3$  et des concentrations de  $\text{H}_2$  et  $\text{CO}_2$  dans  $\text{N}_2$  allant de 1% à 5% avec un débit de 100ml/min. (a) Variations de la fréquence propre. (b) Variations du facteur de qualité. Comparaison entre le modèle de Sader et les mesures pour l'estimation des variations de (c) la fréquence propre et du (d) facteur de qualité.

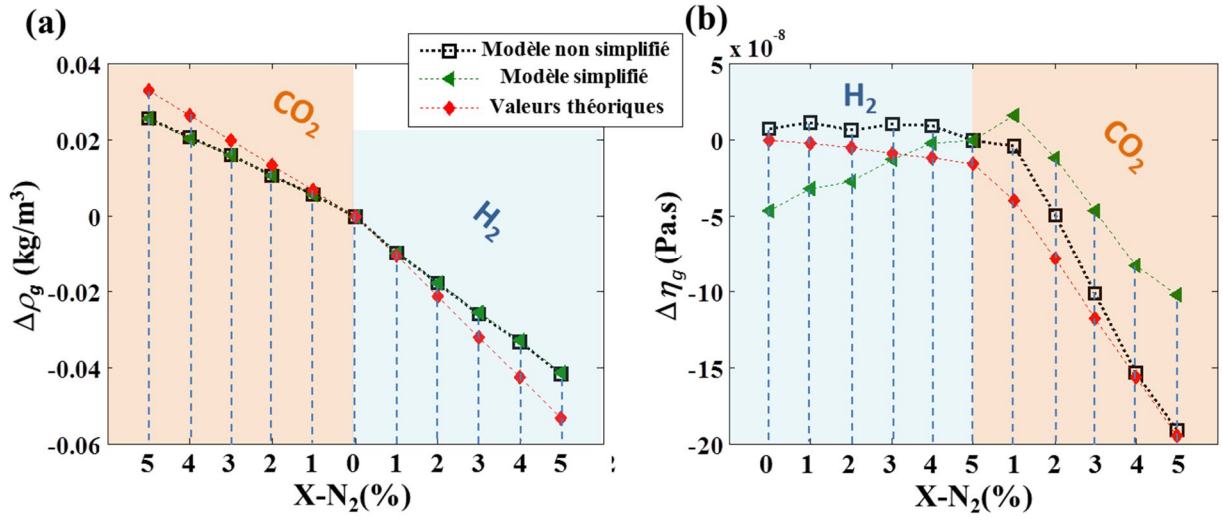
Désormais, il ne reste plus qu'à utiliser les *Eq.1.37-38* pour déduire les variations de la masse volumique et de la viscosité à partir des mesures des variations de  $f_0$  et de  $Q$ , en gardant dans l'esprit que ces équations ont été obtenues en considérant que  $\gamma = \pi\rho_g b a_0 / 4\rho h \ll 1$ . Dans le cas contraire, les variations relatives de  $f_0$  et de  $Q$  valent :

$$\frac{df_0}{f_0} = -\frac{\frac{\pi\rho_g b}{8\rho h}}{\left(1 + \frac{\pi\rho_g b}{4\rho h} a_0\right)} \left[ \left( a_0 \left( 1 - \frac{\frac{\pi\rho_g b}{4\rho h} \frac{3a_1\delta}{4b}}{1 + \frac{\pi\rho_g b}{4\rho h} a_0} \right) + \frac{a_1\delta}{2b} \right) \frac{d\rho_g}{\rho_g} + \left( \frac{a_1\delta}{2b} \right) \frac{d\eta_g}{\eta_g} \right] \quad (4.31)$$

$$\frac{dQ}{Q} = -\frac{1}{2} \left[ \left( \frac{9a_0\pi\rho_g b}{8\rho h} \right) \frac{d\rho_g}{\rho_g} + \frac{d\eta_g}{\eta_g} \right] \quad (4.32)$$

Dans le cas de la micropoutre utilisée dans cette partie (ALN\_5 $\mu$ ),  $\gamma \approx 0.033$ . A partir des mêmes mesures de la *Fig.4.28*, une estimation des variations de la masse volumique et de la viscosité en utilisant le modèle simplifié (*Eq.1.37-38*) et non simplifié (*Eq.4.31-32*) a été effectuée. Les résultats de cette estimation sont comparés aux valeurs de  $\Delta\rho_g$  et  $\Delta\eta_g$  calculées auparavant (*Fig.4.27*) comme on peut le voir sur la *Fig.4.29*. On constate sur l'estimation de  $\Delta\rho_g$  que le modèle simplifié et non simplifié coïncident et arrivent bien à mesurer la variation de la masse volumique avec une erreur relative d'environ  $\pm 23\%$ . En revanche, le modèle non simplifié permet une mesure plus précise de la variation de la viscosité, avec une erreur relative maximale de  $\pm 88\%$  pour des variations de viscosité inférieures ou égales à 118nPa.s et une erreur relative maximale de 2.2% pour des variations de viscosité supérieures ou égales à 160nPa.s.





**Figure 4.29 :** Utilisation des équations issues du modèle de Sader (variation de  $f_0$  et de  $Q$ ) et de la micropoutre ALN\_5μ pour l'estimation de (a) la masse volumique et de (b) la viscosité de gaz.

#### 4.6.2 Méthode d'étalonnage pour la mesure de la masse volumique et de la viscosité de gaz

Les variations de la fréquence propre et du facteur de qualité peuvent s'écrire :

$$\begin{cases} \Delta f_0 = \alpha_1 \Delta\rho_g + \beta_1 \Delta\eta_g \\ \Delta Q = \alpha_2 \Delta\rho_g + \beta_2 \Delta\eta_g \end{cases} \quad (4.33)$$

Avec  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ ,  $\beta_1$  et  $\beta_2$  les quatre paramètres d'étalonnage que l'on peut calculer pour deux gaz différents  $A$  et  $B$  :

$$\begin{cases} \Delta f_{0,A} = \alpha_1 \Delta\rho_{g,A} + \beta_1 \Delta\eta_{g,A} \\ \Delta Q_A = \alpha_2 \Delta\rho_{g,A} + \beta_2 \Delta\eta_{g,A} \\ \Delta f_{0,B} = \alpha_1 \Delta\rho_{g,B} + \beta_1 \Delta\eta_{g,B} \\ \Delta Q_B = \alpha_2 \Delta\rho_{g,B} + \beta_2 \Delta\eta_{g,B} \end{cases} \quad (4.34)$$

La résolution de ce système à quatre équations et à quatre inconnues donne :

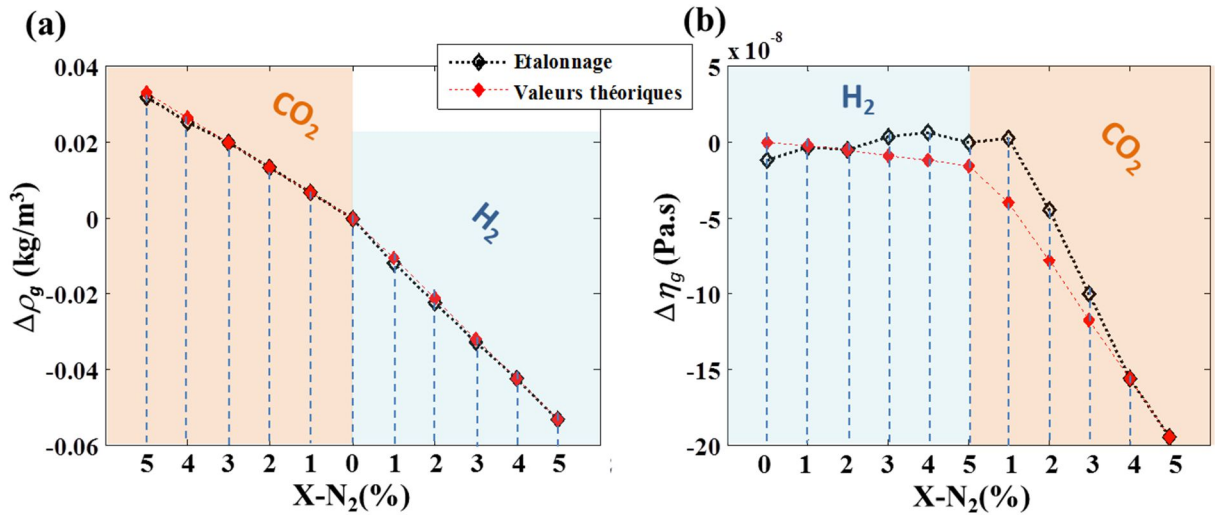
$$\begin{aligned} \alpha_1 &= \frac{\Delta f_{0,A} \Delta\eta_{g,B} - \Delta f_{0,B} \Delta\eta_{g,A}}{\Delta\rho_{g,A} \Delta\eta_{g,B} - \Delta\rho_{g,B} \Delta\eta_{g,A}} & \alpha_2 &= \frac{\Delta Q_A \Delta\eta_{g,B} - \Delta Q_B \Delta\eta_{g,A}}{\Delta\rho_{g,A} \Delta\eta_{g,B} - \Delta\rho_{g,B} \Delta\eta_{g,A}} \\ \beta_1 &= \frac{\Delta f_{0,B} \Delta\rho_{g,A} - \Delta f_{0,A} \Delta\rho_{g,B}}{\Delta\rho_{g,A} \Delta\eta_{g,B} - \Delta\rho_{g,B} \Delta\eta_{g,A}} & \beta_2 &= \frac{\Delta Q_B \Delta\rho_{g,A} - \Delta Q_A \Delta\rho_{g,B}}{\Delta\rho_{g,A} \Delta\eta_{g,B} - \Delta\rho_{g,B} \Delta\eta_{g,A}} \end{aligned}$$

Une fois ces paramètres d'étalonnage déterminés, les variations de la masse volumique et de la viscosité du gaz peuvent se déduire à partir de la mesure des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité :

$$\Delta\rho_g = \frac{\beta_2\Delta f_0 - \beta_1\Delta Q}{\alpha_1\beta_2 - \alpha_2\beta_1} \quad (4.35.a)$$

$$\Delta\eta_g = \frac{\alpha_1\Delta Q - \alpha_2\Delta f_0}{\alpha_1\beta_2 - \alpha_2\beta_1} \quad (4.35.b)$$

Cette méthode d'étalonnage a donc été appliquée dans le cas de la structure ALN\_5 $\mu$  aux deux points : 4% de CO<sub>2</sub> et 2% de H<sub>2</sub>. Les résultats de cet étalonnage sont présentés sur la Fig.4.30 où l'on peut remarquer que les masses volumiques déduites par cette manœuvre correspondent bien aux valeurs calculées avec une erreur maximale de  $\pm 15\%$ . Les variations de viscosité du gaz ont aussi bien été déduites par cet étalonnage avec une erreur maximale de  $\pm 14.5\%$  pour des variations inférieures ou égales à 118nPa.s et une erreur maximale de 0.2% pour des variations de viscosité supérieure ou égale à 160nPa.s. On constate que cet étalonnage a permis une réduction considérable des erreurs relatives sur la mesure de la masse volumique et de la viscosité en comparaison avec les prévisions du modèle (Fig.4.29).

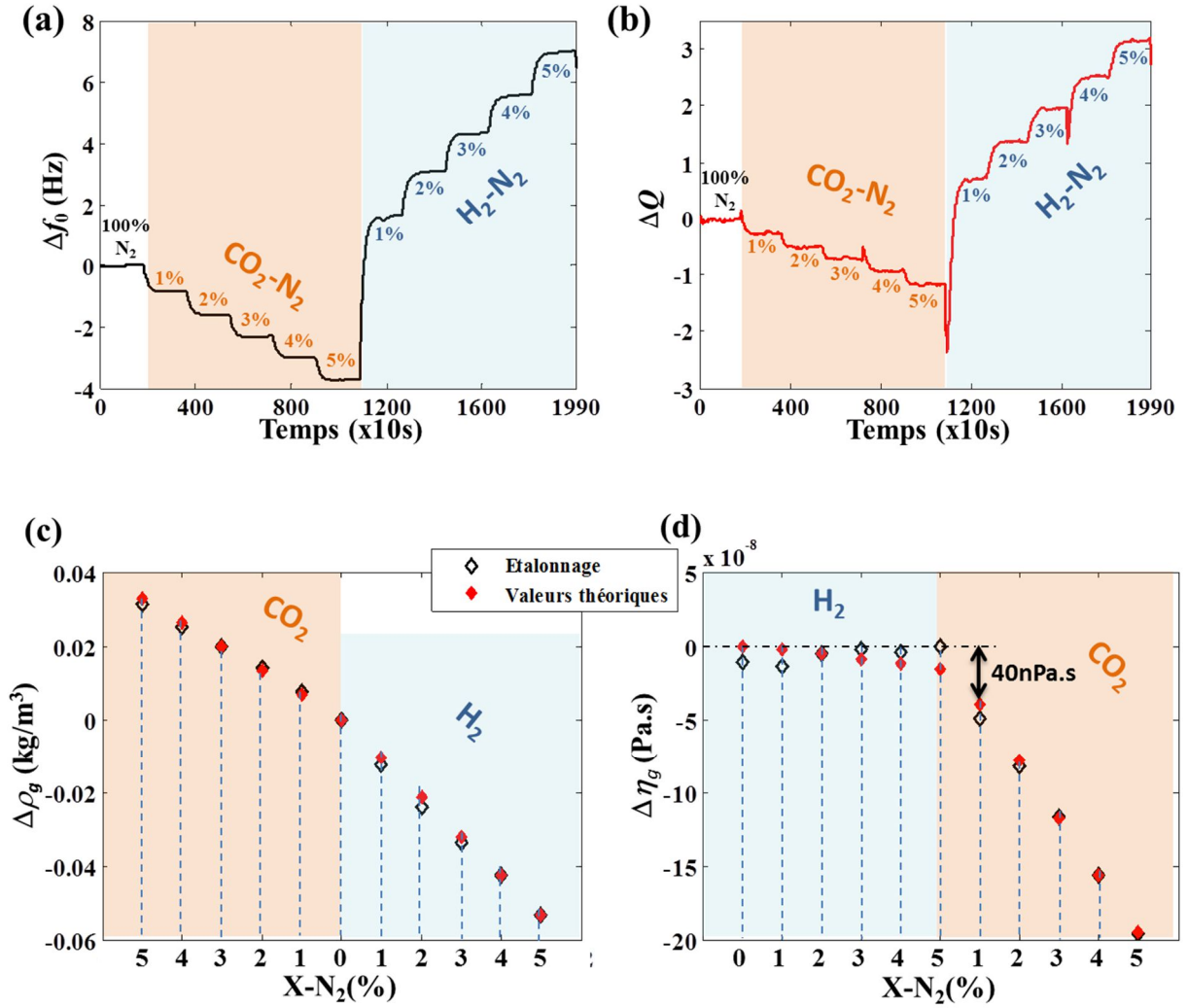


**Figure 4.30 :** Calibrage des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité de la micropoutre ALN\_5 $\mu$  dans un gaz pour la mesure des (a) variations de la masse volumique et de (b) la viscosité de gaz.

Un autre test a été réalisé sur la structure A2\_5 $\mu$  qui présente de bien meilleures variations de la fréquence propre et du facteur de qualité avec un meilleur *RSB* sur la mesure de  $\Delta Q$  pour les mêmes concentrations de CO<sub>2</sub> et de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>, comme on peut le voir sur les Figs.4.31.a-b. Etant donné que cette structure ne respecte pas les conditions d'Euler-Bernoulli, un étalonnage entre les variations de ( $f_0$ ,  $Q$ ) et de ( $\rho_g$  et  $\eta_g$ ) a donc été directement établi à 4% de CO<sub>2</sub> et à 2% de H<sub>2</sub>, dont les résultats sont reportés sur les Figs.4.31.c-d. On remarque, cette fois-ci, que grâce notamment au bon *RSB* sur la mesure de  $\Delta Q$ , l'étalonnage de la micropoutre A2\_5 $\mu$  montre une très bonne concordance avec les valeurs théoriques de  $\Delta\rho_g$  et  $\Delta\eta_g$ , avec une résolution sur la mesure de la viscosité plus faible que 40nPa.s avec une erreur relative de  $\pm 26\%$  et une erreur relative de  $\pm 0.7\%$  pour des variations de

viscosité supérieures ou égales à 118nPa.s. Quant aux variations de masse volumique, cet étalonnage permet des mesures avec une erreur relative maximale de  $\pm 12\%$ .

De l'hélium aurait pu être aussi utilisé pour montrer son identification ou celle de l'hydrogène dans l'azote grâce à la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité. Cependant, le débitmètre massique de la ligne à gaz dédié à l'hélium fournit un débit erroné et nécessite une recalibration, raison pour laquelle cette identification (He et H<sub>2</sub>) n'a pas été expérimentalement vérifiée.



**Figure 4.31** : Calibration de la micropoutre A2\_5μ ( $L \times b \times h = 1000 \times 1000 \times 5\mu m^3$ ) pour la mesure des variations de la masse volumique et de la viscosité correspondant à la variation de la concentration de de H<sub>2</sub> et de CO<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> allant de 1% à 5% avec un débit de 100ml/min. (a) Variations de la fréquence propre. (b) Variations du facteur de qualité. Comparaison entre les valeurs calculées et les valeurs mesurées des variations de (c) la masse volumique et de (d) la viscosité du mélange de gaz.

#### 4.6.3 Conclusion

Le modèle de Sader a encore montré son efficacité pour l'estimation des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité d'une micropoutre respectant les conditions d'Euler-Bernoulli

et immergée dans un fluide. Toutefois, une calibration est nécessaire, que ce soit pour les structures respectant ou non les conditions de validité du modèle.

Grâce à l'optimisation géométrique et aux méthodes de traitement des spectres pour l'extraction de la fréquence propre et du facteur de qualité, des faibles variations de  $f_0$  et de  $Q$  correspondant à des faibles variations de la masse volumique et de la viscosité ont pu être mesurées. La méthode de calibration présentée a permis la mesure de la viscosité du gaz avec une résolution inférieure à 40nPa.s, jamais atteinte dans les résonateurs mécaniques. Le principe d'identification de gaz par la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité n'a pas pu être vérifié pour l'hydrogène et l'hélium. Toutefois, la calibration de la structure A2\_5 $\mu$  a montré sa capacité du suivi des variations de la masse volumique et de la viscosité dans les mélanges d'hydrogène et de dioxyde de carbone dans de l'azote.

## 4.7 Conclusion

L'étude du comportement thermique des micropoutres a montré qu'en plus des propriétés mécaniques de la structure, la variation de la masse volumique du gaz due à la température peut aussi modifier la fréquence de résonance. De plus, pour certaines géométries, l'effet de la température sur la masse volumique du gaz peut même dominer l'effet sur les propriétés mécaniques de la structure (principalement le module d'Young) et avoir ainsi une augmentation de la fréquence propre lorsque la température augmente.

D'autre part, la sensibilité des micropoutres vis-à-vis de la pression est due à la variation de la masse volumique du gaz. Donc, plus la structure est sensible à la masse volumique, plus elle est sensible à sa pression. Par conséquent, toute variation de la pression, que ce soit par variation de la pression atmosphérique ou par variation significative de la vitesse de l'écoulement du gaz, doit être prise en compte, tout comme la température, afin de compenser les variations de la fréquence propre qu'elles provoquent dans le cas d'une mesure de la masse molaire.

Grâce à la diminution de la longueur, à l'augmentation de l'épaisseur et à la concentration des contraintes mécaniques autour des jauges de déformation, des améliorations remarquables de sensibilité, de facteurs de qualité et de limites de détection ont été enregistrées sur les micropoutres du Lot n°2. Nous avons montré expérimentalement que les structures larges et courtes (grand rapport largeur sur le carré de la longueur) présentent les meilleures sensibilités. Une fois de plus, la géométrie parallélépipédique a montré une plus grande sensibilité que celle de la géométrie trapézoïdale, la plaçant ainsi comme la meilleure géométrie pour la mesure de la masse volumique du gaz. Par ailleurs, les micropoutres fonctionnalisées avec une couche de palladium ont montré de très bonnes sensibilités et sélectivités à l'hydrogène. Toutefois, leur temps de réponse, mais surtout leurs réponses non-linéaires présentent les deux inconvénients majeurs de ce type de capteur. Une attention particulière doit donc être portée sur l'amélioration des propriétés (absorption/désorption) de la couche de palladium.

Un nouveau concept de détection chimique par une mesure physique a été présenté. Il est basé sur la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité de gaz. Comme l'hydrogène a la plus petite masse volumique et viscosité parmi tous les gaz, la mesure de ces deux paramètres permet son identification. Ce principe peut être utilisé pour la reconnaissance d'un gaz qui fuit ou pour la détection de l'hydrogène. Après calibration d'une micropoutre, la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité dans les conditions normales de température et de pression a été effectuée et une viscosité de 40nPa.s a été mesurée. Cette valeur représente la plus petite viscosité jamais mesurée avec un résonateur mécanique.

## 4.8 Bibliographie

- [ASH09] Ashwin K. Samarao and Farrokh Ayazi, Temperature compensation of silicon micromechanical resonators via degenerate doping, *IEEE Transactions on Electron Devices*, 59 (2009), pp 789-792.
- [AZE08] R. G. Azevedo, W. Huang, O. M. O'Reilly and A. P. Pisano , Dual-mode temperature compensation for a comb-driven MEMS resonant strain gauge, *Sensors and Actuators A*, 144 (2008), pp 374–380.
- [BAY13] M. Bayat, R. Radjabi and H. Joodaki, Temperature compensation of MEMS based resonant sensor with uniform mass sensitivity, *Control and Decision Conference (CCDC)*, 2013, pp 4471-4475.
- [BIR13] B. A. Bircher, L. Duempelmann, K. Renggli, H. P. Lang, C. Gerber, N. Bruns, T. Braun, Real-time viscosity and mass density sensors requiring microliter sample volume based on nanomechanical resonators, *Analytical Chemistry*, 85 (2013), pp 8676–8683.
- [CHO08] Y. I Chou, H. C. Chiang and C. C. Wang, Study on Pd functionalization of microcantilever for hydrogen detection promotion, , *Sensors and Actuators B*, 129 (2008), pp 72–78.
- [DIA14] R. A. Dias, G. de Graaf, R. F. Wolffenbuttel and L. A. Rocha, Gas viscosity sensing based on the electrostatic pull\_in time of microactuators, *Sensors and Actuators A*, 215 (2014), pp 376-385.
- [FAD11] L. Fadel-Taris, C. Ayela, F. Josse, S.M. Heinrich, D. Saya, O. Brand and I. Dufour , Influence of non-ideal clamping in microcantilever resonant frequency estimation, *FCS, Joint Conference of the IEEE International* (2011), pp 1-5.
- [GOS91] J. Gosse, Propriétés de transport des gaz à pression modérée, *Techniques de l'ingénieur : Constantes Physicochimiques*, K 425 (1991).
- [GYS04] U. Gysin, S. Rast, P. Ruff and E. Meyer, Temperature dependence of the force sensitivity of silicon cantilevers, *Physical Review B*, 69 (2004), 045403-pp 6.
- [HEI14] M. Heinisch , A. Abdallah , I. Dufour, and B. Jakoby, Resonant steel tuning forks for precise inline viscosity and mass density measurements in harsh environments, *Procedia Engineering*, 87 (2014), pp 1139 – 1142.
- [HEN12] J. Henriksson, L. G. Villanueva and J. Brugger, Ultra-low power hydrogen sensing based on a palladium-coated nanomechanical beam resonator, *Nanoscale*, 4 (2012), pp 5059-5064.
- [HUG92] R. C. Hughes and W. K. Schubert, Thin films of Pd/Ni alloys for detection of high hydrogen concentrations, *Journal of Applied Physics* 71, 542 (1992), pp 542-544.
- [IGA07] K. Igarashi, K. Kawashima and T. Kagawa, Development of simultaneous measurement system for instantaneous density, viscosity and flow rate of gases, *Sensors and Actuators A*, 140 (2007), pp 1-7.
- [JEW06] L. L. Jewell and B. H. Davis, Review of absorption and adsorption in the hydrogen–palladium system, *Applied Catalysis A: General*, 310 (2006), pp 1–15.
- [LEE08] J. Lee, F. Goericke, W. P. King, Temperature-dependent thermomechanical noise spectra of doped silicon microcantilevers, *Sensors and Actuators A*, 145–146 (2008), pp 37–43.

- [LEE10] E. Lee, J.M. Lee, J.H. Koo, W. Lee, T. Lee, Hysteresis behavior of electrical resistance in Pd thin films during the process of absorption and desorption of hydrogen gas, *International Journal of Hydrogen Energy*, 35 (2010), pp 6984–6991.
- [LIN09] K. Ling, C. Teodoriu, E. Davani and G. Falcone, Measurement of Gas Viscosity at High Pressures and High Temperatures, *International Petroleum Technology Conference*, (2009), IPTC 13528-pp 13.
- [LIU01] W. C. Liu, H. J. Pan, H. I. Chen, K. W. Lin, S. Y. Cheng and K. H. Yu, Hydrogen-sensitive characteristics of a novel Pd/InP MOS schottky diode hydrogen sensor, *IEEE Transductions on Electron Devices*, 48 (2001), pp 1938–1944.
- [LOT14] J.C. Lötters, E. van der Wouden, J. Groenesteijn, W. Sparreboom, T.S.J. Lammerink and R.J. Wiegerink, Integrated multi-parameter flow measurement system, *IEEE MEMS*, (2014), pp 975-978.
- [MEL07] R. Melamud, B. Kim, S. A. Chandorkar, M. A. Hopcroft, M. Agarwal, C. M. Jha and T. W. Kenny, Temperature-compensated high-stability silicon resonators, *Applied Physics letters*, 90 (2007), 244107-pp 3.
- [NAE05] K. Naeli and O. Brand, Cantilever sensor with stress-concentrating piezoresistor design, *sensors*, *IEEE Sensors*, (2005), pp 592–595.
- [NAE09] K. Naeli and O. Brand, Cancellation of environmental effects in resonant mass sensors based on resonance mode and effective mass, *Review of Scientific Instruments*, 80 (2009) , 063903- pp 8.
- [NOH11] J. S Noh, J. M Lee and W. Lee, Low-dimensional palladium nanostructures for fast and reliable hydrogen gas detection, *Sensors*, 11 (2011), pp 825-851.
- [OKU00] S. Okuyama, Y. Mitobe, K. Okuyama and K. Matsushita, Hydrogen gas sensing using a Pd-coated cantilever, *Japan Journal of Applied Physics*, 39 (2000), pp 3584–3590.
- [PAT10] J. F. Patton, S. R. Hunter, M. J. Sepaniak, P. G. Daskos and D. B. Smith, Rapid response microsensor for hydrogen detection using nanostructured palladium films, *Sensors and Actuators A*, 163 (2010), pp 464–470.
- [QUE05] E. P. Quevy and R. T. Howe, Redundant MEMS resonators for precise reference oscillators, *IEEE Radio Frequency Integrated Circuits (RFIC) Symposium*, (2005), pp 113-116.
- [SAL09] J Salvia, R. Melamud, S. Chandorkar , S.F. Lord and T W. Kenny, Real-time temperature compensation of MEMS oscillators using an Integrated micro-oven and a phase-locked loop, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19 (2010), pp 192-201.
- [SAN05] R Sandberg, W. Svendsen, K. Mølhave and A. Boisen, Temperature and pressure dependence of resonance in multi-layer microcantilevers, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 15 (2005), pp 1454–1458.
- [SEI09] D. Seibt, S. Herrmann, E. Vogel, E. Bich and E. Hassel, Simultaneous measurements on helium and nitrogen with a newly designed viscometer-densimeter over a wide range of temperature and pressure, *Journal of Chemical and Engineering Data*, 54 (2009), pp 2626–2637.
- [SEL11] J. K. Sell, A. O. Niedermayer and B. Jakoby, Simultaneous measurement of density and viscosity ins gases with a quartz tuning fork resonator by tracking of the series resonance frequencies, *Procedia Engineering*, 25 (2011), pp 1297-1300.



- [SEO11] J. S. Noh, J. M. Lee and W. Lee, Low-dimensional palladium nanostructures for fast and reliable hydrogen gas detection, *Sensors*, 11 (2011), pp 825-851.
- [SHE01] F. Shen, P. Lu, S. J. O'Shea, K. H. Lee and T. Y. Ng, Thermal effect on coated resonant microcantilevers, *Sensors and Actuators A*, 95 (2001), pp 17-23.
- [SUN07] K. Sundaresan, G. K. Ho, S. Pourkamali, and F. Ayazi, Electronically temperature compensated silicon bulk acoustic resonator reference oscillators, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, 42 (2007), pp 1427-1434.
- [SUT95] W. Sutherland, The viscosity of mixed gases, *Philosophical Magazine*, 40 (1895), pp 421-431.
- [TAB13] Roozbeh Tabrizian, G. Casinovi and F. Ayazi, Temperature-stable silicon oxide (SiO<sub>2</sub>) micromechanical resonators, *IEEE Transactions on Electron Devices*, 60 (2013), pp 2656-2663.
- [TAN11] Z. Tang, S. Fan, W. Xing, Z. Guo and Z. Zhang, An electrothermally excited dual beams silicon resonant pressure sensor with temperature compensation, *Microsystem Technologies*, 17 (2011), pp 1481-1490.
- [VER96] J. Věříš, Temperature compensation of silicon pressure sensor, *Sensors and Actuators A*, 57 (1996), pp 179-182.
- [VIS07] A. Viswanathan, Viscosities of natural gases at high pressure and high temperature, Texas A&M University, 2007.
- [WAU11] W.H. Waugh, B.J. Gallacher and J.S. Burdess, A high-sensitivity resonant sensor realized through the exploitation of nonlinear dynamic behavior, *Measurement Science and Technology*. 22 (2011) 105202 (8pp).
- [WEB4] [http://www.v-it.com/en/products/temperature\\_and\\_climate\\_test\\_chambers/schunk01.c.59549.en](http://www.v-it.com/en/products/temperature_and_climate_test_chambers/schunk01.c.59549.en)
- [WEB5] <http://www.arduino.cc/en/Main/ArduinoBoardUno>
- [WEB6] <https://learn.adafruit.com/cloud-connected-weather-station-with-the-arduino-yun-and-temboo/introduction>
- [WIL50] C. R. Wilke, A viscosity equation for gas mixtures, *Journal of Chemical Physics*, 18 (1950), pp 517-518.
- [YOU11] M. Youssry, N. Belmiloud, B. Caillard, C. Ayela, C. Pellet and I. Dufour, A straightforward determination of fluid viscosity and density using microcantilevers: From experimental data to analytical expressions, *Sensors and Actuators A*, 172 (2011), pp 40-46.
- [ZHA11] G. Zhang, L. Zhao, Z. Jiang, S. Yang, Y. Zhao, E. Huang, R. Hebibul, X. Wang and Z. Liu, Surface stress-induced deflection of a microcantilever with various widths and overall microcantilever sensitivity enhancement via geometry modification, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44 (2011), 425402-pp11.





## Conclusion générale

De par leur principe de détection physique, les micropoutres résonantes sans couche sensible, permettant la mesure de la masse volumique du gaz, constituent une solution potentielle pour l'application Cigéo, étant donnée la très faible masse volumique de l'hydrogène par rapport à celle de l'air. L'hostilité du milieu applicatif (milieu radioactif) exige des performances extrêmes, notamment en termes de stabilité à long terme et de longévité. L'absence de couche sensible permet une amélioration considérable de la fiabilité des micropoutres résonantes pour la mesure de la masse volumique dans un milieu hostile.

Depuis leur apparition, les micropoutres ne cessent d'offrir des solutions pour des champs applicatifs divers et variés. Ces travaux de recherche ont permis de montrer les potentialités de ces microstructures dans la mesure de la masse volumique de gaz et dans la détection de l'hydrogène sans couche sensible. L'amélioration de leur sensibilité était l'un des enjeux majeur de ces travaux de thèse : pour cela des méthodes de détermination des faibles variations de la fréquence propre et du facteur de qualité ainsi qu'une optimisation géométrique des structures ont été proposées. Les solutions apportées ont permis une amélioration considérable de la sensibilité et de la limite de détection des micropoutres sans couche sensible.

L'étude des effets environnementaux, bien que non exhaustive, montre que seule la température modifie les propriétés mécaniques des micropoutres (principalement le coefficient de température du module d'Young). Quant à la masse volumique du gaz, celle-ci peut être affectée à la fois par la température, la pression, la masse molaire et l'humidité relative. D'autre part, l'effet de la variation de la température sur la masse volumique peut dominer son effet sur la variation du module d'Young de la micropoutre. Pour la mesure de la masse volumique du gaz, il suffit de compenser l'effet de la température sur les propriétés mécaniques. A pression, température et humidité relative constantes, une variation de la fréquence de résonance correspond à une variation de la masse molaire qui, elle-même, est image de la composition chimique du gaz.

Contrairement à la sensibilité à l'effet de masse, proportionnelle à la fréquence de résonance des micropoutres, nous avons montré que leur sensibilité vis-à-vis de la masse volumique du gaz dépend du rapport largeur sur le carré de la longueur des structures. Par conséquent, plus la structure est large et courte, plus elle est sensible à la masse volumique du gaz. Dans ces conditions, les conditions d'Euler-Bernoulli ne sont pas vérifiées et le modèle de Sader ne donne pas de bonnes estimations des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité. Les microstructures larges et courtes réalisées offrent des performances, en termes de sensibilité et de limite de détection, jamais égalées dans l'état de l'art des résonateurs mécaniques scruté à ce jour. Ces résultats de recherche offrent donc un tremplin pour les concepteurs de capteurs de la masse volumique de gaz, très demandés dans l'industrie du gaz et des hydrocarbures, pour l'amélioration des limites de détections des capteurs mécaniques résonants.

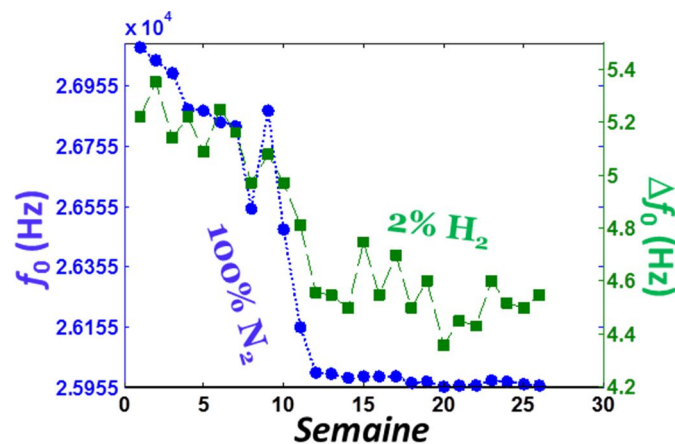
Par ailleurs, d'autres pistes alternatives à la mesure, ou à la mesure seule de la masse volumique, ont été rapidement explorées. D'abord, des mesures effectuées sur des micropoutres fonctionnalisées avec du palladium ont montrées une très bonne sensibilité et sélectivité à l'hydrogène, mais leur temps réponse et surtout la non linéarité de leur réponse présentent un handicap pour ce type de capteur. D'autre part, grâce l'amélioration significative des sensibilités des micropoutres, les mesures des variations de la fréquence propre et du facteur de qualité, pour des concentrations d'hydrogène et de dioxyde de carbone dans l'azote inférieures ou égale à 5%, ont permis la calibration d'une micropoutre pour la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité du mélange gazeux. Au-delà du fait qu'une variation de viscosité de moins de 40nPa.s a pu être mesurée et qu'aucun autre résonateur

mécanique n'a pu mesurer cette viscosité, cette mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité du gaz peut permettre une identification de fuite de gaz et une détection de l'hydrogène grâce à ses très faibles masse volumique et viscosité.

## Perspectives

Bien que théoriquement, l'humidité relative affecte principalement la masse molaire et donc la masse volumique du gaz, un taux d'humidité important peut provoquer une condensation de l'eau sur la structure de la micropoutre, ce qui affectera sa fréquence propre et son facteur de qualité. Une panne du générateur de vapeur a empêché la caractérisation des micropoutres en humidité relative. Cette caractérisation doit être faite pour compléter les différentes études et expériences menées sur les effets environnementaux.

Le vieillissement des micropoutres ainsi que leurs différents mécanismes de défaillance doivent être étudiés afin de déterminer leur stabilité à long terme et leur durée de vie. Un test préliminaire a été réalisé sur la micropoutre A1\_5 $\mu$  comme on peut le voir sur la Fig. I.2. Ce test a consisté à la mise en oscillation permanente de cette micropoutre grâce au circuit oscillateur (partie 4.4.1.2) et à la mesure hebdomadaire de la fréquence propre et de la variation de la fréquence propre à 2% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub>. La stabilité de la fréquence semble s'établir après 12 semaines de fonctionnement.



**Figure I.2 :** Stabilité à long terme de la fréquence propre ( $f_0$ ) à 100% de N<sub>2</sub> et de la variation de la fréquence propre ( $\Delta f_0$ ) à 2% de H<sub>2</sub> dans N<sub>2</sub> (sensibilité).

Les résultats préliminaires concernant la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité du gaz offre une nouvelle perspective dans l'identification de gaz par la mesure physique multi-paramètres. En effet, nous avons montré que la mesure simultanée de la masse volumique et de la viscosité peut permettre la reconnaissance d'une fuite de gaz. D'autre part, après calibration, une mesure d'une variation de 40nPa.s a été réalisée avec succès, ce qui ouvre le champ d'exploration des micropoutres pour la mesure des viscosités de gaz dans les conditions atmosphériques ou simplement le suivi de leurs petites variations.

Par ailleurs, nous croyons que grâce aux propriétés physiques de l'hydrogène (Tab.I.1), une mesure physique multi-paramètres peut permettre une détection et une reconnaissance de l'hydrogène. Outre le fait qu'une micropoutre résonante peut mesurer la masse volumique et la viscosité du gaz, les propriétés acoustiques (émission du son à la résonance) peuvent aussi être exploitées pour évaluer la

vitesse de propagation du son dans le gaz (plus grande vitesse pour  $H_2$ ), en utilisant bien évidemment un récepteur acoustique (ex : microphone). Une micropoutre associée à un détecteur acoustique peut donc fournir une mesure de la masse volumique, de la viscosité et de la vitesse de propagation du son dans le gaz.



## Liste des publications

### Article dans des revues avec comité de lecture :

**M.T Boudjiet**, J. Bertrand, C. Pellet et I. Dufour. *New characterization methods for monitoring small resonant frequency variation: Experimental tests in the case of hydrogen detection with uncoated silicon microcantilever-based sensors*. Sensors and Actuators B, vol. 199, 2014, pp. 269-276 (doi: 10.1016/j.snb.2014.03.098).

**M.T Boudjiet**, J. Bertrand, C. Pellet et I. Dufour. *Preliminary results of the feasibility of hydrogen detection by the use of uncoated silicon microcantilever-based sensors*. International Journal of Hydrogen Energy, vol. 39, 2014, pp. 20497-20502 (doi: 10.1016/j.ijhydene.2014.03.228).

**M.T. Boudjiet**, J. Bertrand, F. Mathieu, L. Nicu, L. Mazenq, T. Leïchlé, S.M. Heinrich, C. Pellet, I. Dufour, *Geometry optimization of uncoated silicon microcantilever-based gas density sensors*. Sensors and Actuators B, vol. 208, 2015, pp. 600-607 (doi: 10.1016/j.snb.2014.11.067).

### Communications dans des conférences internationales avec actes publiés :

**M.T. Boudjiet**, J. Bertrand, C. Pellet et I. Dufour. *Feasibility of hydrogen detection by the use of uncoated silicon micro-cantilever based sensors*. International Conference on Hydrogen Safety, **septembre 2013** à Bruxelles, Belgique. *Présentation orale*.

Z. Brouzi, **M.T. Boudjiet**, J. P. Dubois, I. Dufour, J. Bertrand. *Qualification of steel vibrating wire-based sensor in hydrogen detection*. International Meeting on Chemical Sensors, **mars 2014** à Buenos Aires, Argentine. *Poster*.

**M.T. Boudjiet**, F. Mathieu, L. Nicu, J. Bertrand, C. Pellet et I. Dufour. *Geometry optimization of uncoated silicon microcantilever-based density sensor for hydrogen detection*. Nanomechanical sensing workshop, **avril-mai 2014** à Madrid, Espagne. *Poster*.

S.M. Heinrich, **M.T. Boudjiet**, D. Thuau, P. Poulin, C. Ayela, I. Dufour. *Development of analytical models of T- and U-shaped cantilever-based MEMS devices for sensing and energy harvesting applications*. IEEE Sensors 2014, **novembre 2014** à Valence, Espagne. *Présentation orale*.

### Communications en français:

**M.T. Boudjiet**, F. Mathieu, L. Nicu, J. Bertrand, C. Pellet et I. Dufour. *New characterization methods for monitoring small resonant frequency variation. Application: uncoated silicon microcantilever-based sensors*. GDR Micro et Nano Systèmes, **décembre 2013** à Toulouse, France. *Poster*.

**M.T. Boudjiet**. *Optimisation de la sensibilité d'une micropoutre vis-à-vis de la masse volumique d'un gaz par l'optimisation géométrique de sa structure*, Journée de l'école doctorale SPI, **mars 2014** à Talence, France. *Présentation orale*.

**M.T. Boudjiet**, *Etude de l'influence de la géométrie des structures sur la sensibilité des capteurs de masse volumique de gaz à base de micropoutres en silicium*, Journées Nationales du Réseau Doctoral en Micronanoélectronique JNRDM2014, **mai 2014** à Lille, France. *Poster*.

**M.T. Boudjiet**, *Développement de micropoutres sans couche sensible pour la détection d'hydrogène*, Journée Andra des doctorants et post-doctorants, **juin 2014** à Châtenay Malabry, France. *Présentation orale*.

**M.T. Boudjiet**, J. Bertrand, C. Pellet et I. Dufour. *Microsystèmes durables de mesures de concentration d'hydrogène utilisant des micropoutres sans couche sensible*, GL Andra, **juillet 2014** à Bure, France. *Présentation orale*.

**M.T Boudjiet**, J. Bertrand, C. Pellet et I. Dufour, *Micropoutre résonante sans couche sensible pour la détection de l'hydrogène par la mesure de la masse volumique du gaz*, Réunion de printemps du club micro-capteurs chimiques (CMC2), **juin 2015** à Bordeaux, France. *Présentation orale*.

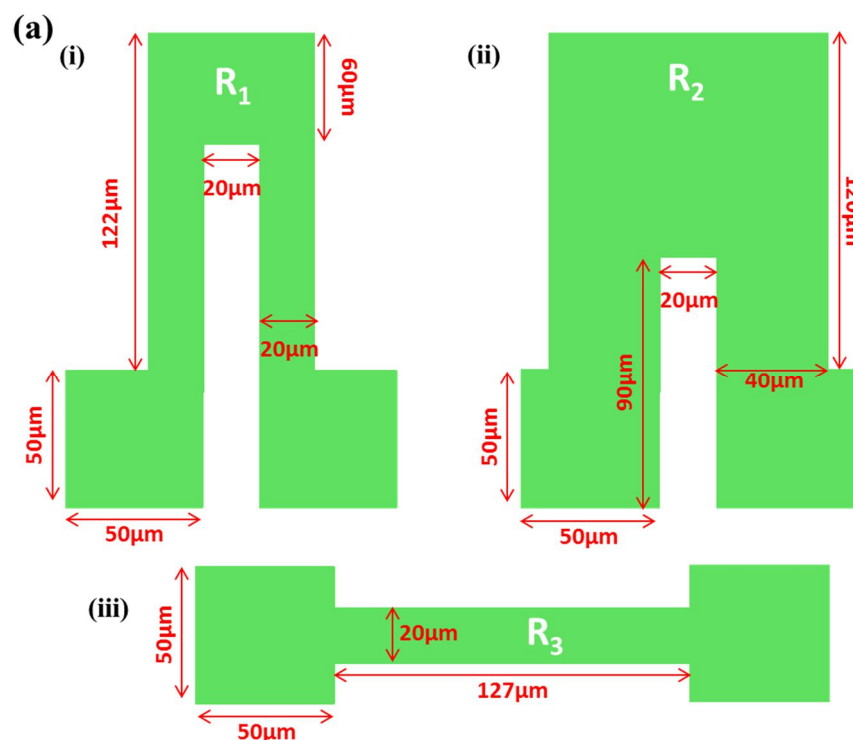
## Annexes

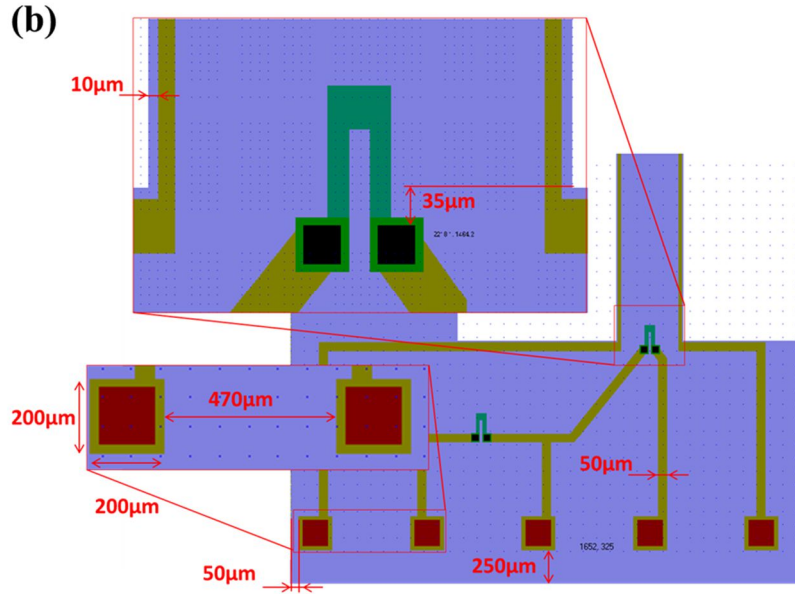
### Annexe A : Conception des capteurs du Lot n°1

#### A.1 Dimensionnement des piézorésistances, des pistes conductrices et des plots de connexion

Toutes les piézorésistances sont dimensionnées pour avoir une résistance statique de  $2k\Omega$  ayant les dimensions présentées dans la *Fig.A.1.a.i*, sauf dans le cas où deux piézorésistances sont utilisées à l'encastrement (comme dans le cas des poutres en forme de U ou les poutres avec systèmes d'actionnement/détection combinés). Dans ces conditions, deux formes de piézorésistances sont conçues (*Fig.A.1.a.ii-iii*) pour avoir des résistances statiques de  $1k\Omega$  chacune, montées en série. Le choix entre les deux piézorésistances  $R_2$  et  $R_3$  (*Fig.A.1.a.ii-iii*) dépend des systèmes d'actionnement/détection selon qu'ils soient séparés ( $R_2$ ) ou combinés ( $R_3$ ).

Les emplacements et les espacements des piézorésistances de mesure ainsi que des plots de connexion (puce-PCB) sont identiques sur toutes les géométries et puces ( $7 \times 7 \text{ mm}^2$ ). Les piézorésistances de mesure sont situées au centre de la largeur de l'encastrement, avec une distance de  $35\mu\text{m}$  entre le bord de l'encastrement et les ouvertures de contact. Les pistes conductrices (actionnement et détection) ont la même largeur  $50\mu\text{m}$  partout sur les parties non-mobiles (excepté les cas où les pistes d'actionnement et de détection sont très proches à l'encastrement) et les largeurs des pistes sur les parties libérées (mobiles ou vibrantes) sont de  $10\mu\text{m}$  et  $15\mu\text{m}$  selon la taille des micropoutres. Les plots de connexion ont aussi tous les mêmes dimensions ( $200\mu\text{m} \times 200\mu\text{m}$ ) et les mêmes emplacements sur toutes les puces, séparés entre eux d'une distance de  $470\mu\text{m}$ . La *Fig.A.1.b* montre les différentes dimensions et emplacements des piézorésistances, pistes conductrices et plots de connexion.





**Figure A.1** : Conception des systèmes d'actionnement et de détection. (a) Dimensions des piézorésistances : (i)  $R_1 = 2k\Omega$ , (ii)  $R_2 = 1k\Omega$  et (iii)  $R_3 = 1k\Omega$ . (b) Dimensions et emplacements des piézorésistances, pistes conductrices et plots de connexion.

## A.2 Notations et références des micropoutres

Le premier chiffre de la référence d'une micropoutre correspond à la configuration des circuits d'actionnement et de détection : '1' lorsqu'ils sont combinés et '2' lorsqu'ils sont séparés. En deuxième position de la référence, on trouve la lettre A, T, U ou Y qui correspondent respectivement aux géométries (formes) parallélépipédiques, en forme de T, en forme de U ou de diapason. Les lettres S, M ou L se trouvant en troisième position renseignent sur la longueur ( $L$ ) de la structure : S pour petite, M pour moyenne et L pour longue. En quatrième position, les lettres N, M et W correspondent à la largeur ( $b$ ) dans le cas où elle est respectivement étroite, moyenne ou large. Enfin, les deux derniers chiffres (cinquième et sixième positions) ne concernent que les géométries T et U, ils correspondent respectivement à la longueur et à la largeur des pieds ( $L_{leg}$  et  $b_{leg}$ ) en micromètre. La signification des références des micropoutres est résumée dans le *Tab.A.1*.

**Tableau A.1** : Signification des références/noms des différentes micropoutres.  $L$  et  $b$  sont respectivement les longueurs et les largeurs totales et  $L_{leg}$  et  $b_{leg}$  correspondent respectivement aux longueurs et largeurs du pied pour les géométries en T et en U.

Mode d'actionnement/détection	Type de géométrie	$L$	$b$	$L_{leg}$	$b_{leg}$
<b>1 : actionnement/détection combinés</b>	A : poutre parallélépipédique.	S : petite (Small).	N : étroite (Narrow).		
<b>2 : actionnement/détection séparés</b>	T : poutre en forme de T.	M : Moyenne (Medium).	M : Moyenne (Medium).	x	x
	U : poutre en forme de U.	L : longue (Long).	W : Large (Wide).		
	Y : diapason.				

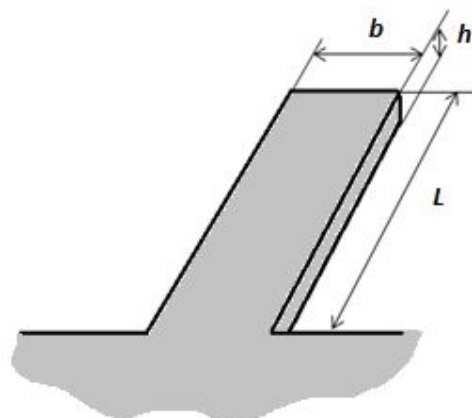


### A.3 Poutres de forme parallélépipédique (A)

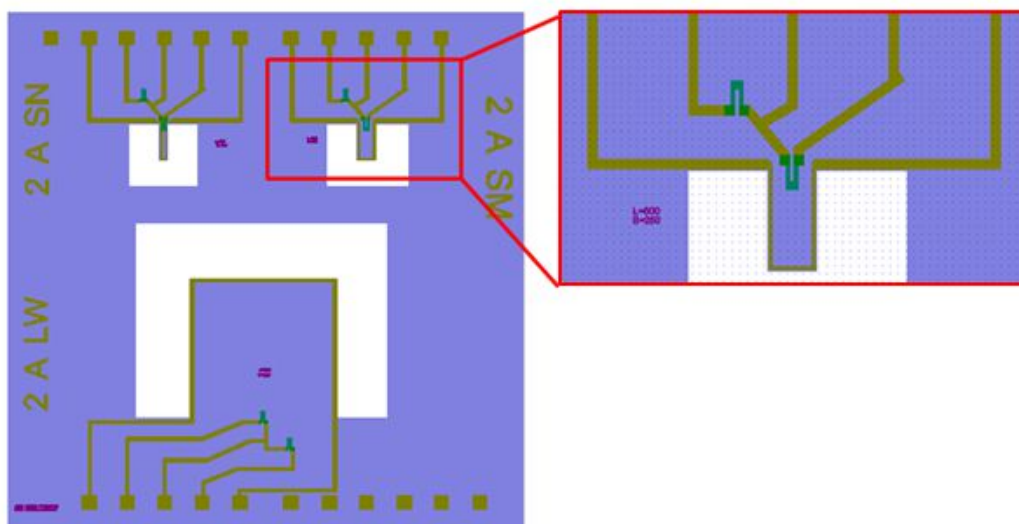
La forme d'une poutre parallélépipédique ainsi que les notations utilisées pour ses dimensions sont présentées sur la *Fig.A.2*. Les dimensions des micropoutres parallélépipédiques dimensionnées et fabriquées sont reportées sur le *Tab.A.2*. La *Fig.A.3* montre un exemple d'une puce contenant trois micropoutres de dimensions différentes : 2 A SN (en haut à gauche), 2 A SM (en haut à droite) et 2 A LW (au milieu en bas).

**Tableau A.2 :** Dimensions et références des micropoutres parallélépipédiques.  $L$  étant la longueur de la poutre et  $b$  sa largeur.

$L$ ( $\mu\text{m}$ )	$h = 5\mu\text{m}$ et $10\mu\text{m}$		
	$b$ ( $\mu\text{m}$ )		
	$L/5$	$L/2$	$L$
500 (S)	100 (N)	250 (M)	500 (W)
1000 (M)	200 (N)	500 (M)	1000 (W)
2000 (L)	400 (N)	1000 (M)	2000 (W)



**Figure A.2 :** Géométrie et dimension d'une poutre parallélépipédique



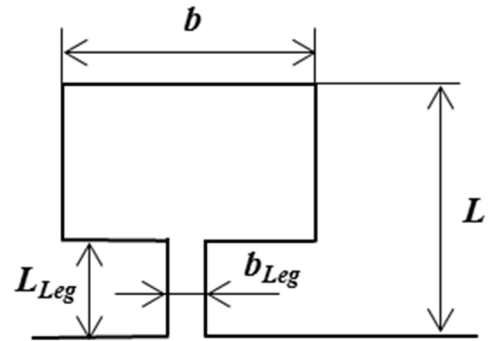
**Figure A.3 :** Puce ( $7 \times 7 \text{ mm}^2$ ) contenant trois micropoutres parallélépipédiques (A) avec un actionnement électromagnétique et une détection piézorésistive séparés. Les piézorésistances à l'encastrement sont de type  $R_I$  (*Fig.A.1.a*).

### A.4 Poutres en forme de T (T)

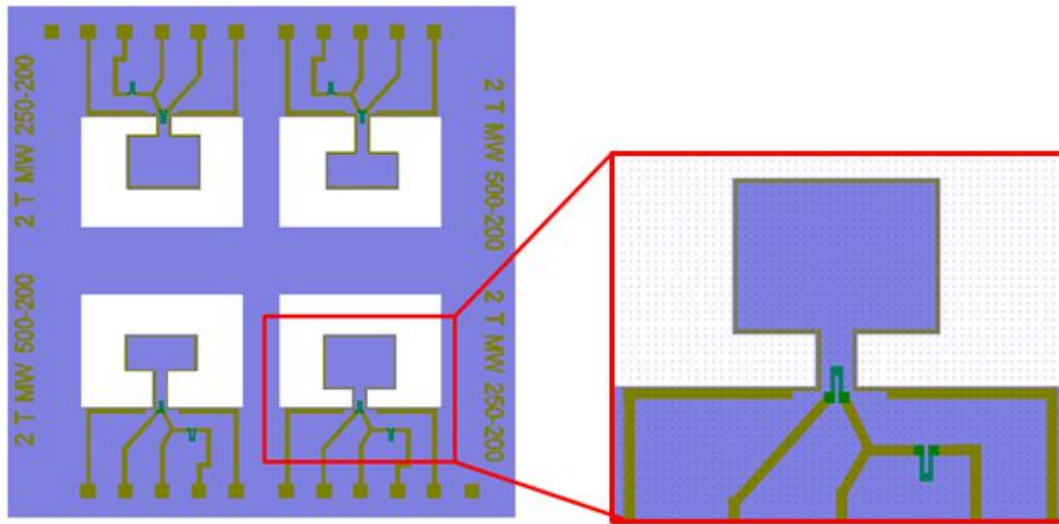
Pour pouvoir faire des comparaisons, la poutre parallélépipédique A MW est choisie pour le dimensionnement des poutres en forme de T. Leurs dimensions et références sont mentionnées dans le *Tab.A.3*. Les notations des dimensions ainsi que la géométrie de la poutre en T sont présentées dans la *Fig.A.4*. La *Fig.A.5* montre un exemple d'une puce contenant quatre micropoutres de dimensions différentes : 2 T MW 250-200 (en haut à gauche et en bas à droite) et 2 T MW 500-200 (en haut à droite et en bas à gauche).

**Tableau A.3 :** Dimensions et références des micropoutres en forme de T. La notation MW correspond aux mêmes dimensions ( $L = b = 1000\mu\text{m}$ ) que celles de la poutre 2 A MW du *Tab.A.2*. Les épaisseurs ( $h$ ) sont de  $5\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$ .

Référence	$L_{leg} (\mu\text{m})$	$b_{leg} (\mu\text{m})$
2 T MW	250 ( $L/4$ )	200 ( $b/5$ )
2 T MW	500 ( $L/2$ )	200 ( $b/5$ )



**Figure A.4 :** Géométrie et dimension de la poutre en forme de T. Les dimensions  $L$ ,  $b$ ,  $L_{leg}$  et  $b_{leg}$  correspondent respectivement à la longueur totale, la largeur totale, la longueur du pied et la largeur du pied.



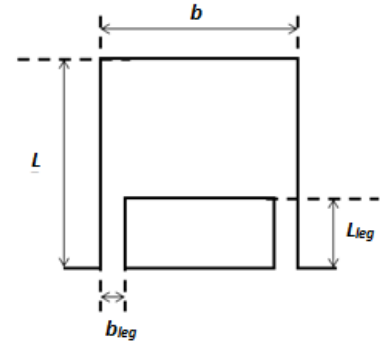
**Figure A.5 :** Puce ( $7 \times 7 \text{ mm}^2$ ) contenant quatre micropoutres en forme de T (2 T MW x-x) avec un actionnement électromagnétique et une détection piézorésistive séparés. Les piézorésistances à l'encastrement sont de type  $R_I$  (*Fig.A.1.a*).

## A.5 Poutres en forme de U (U)

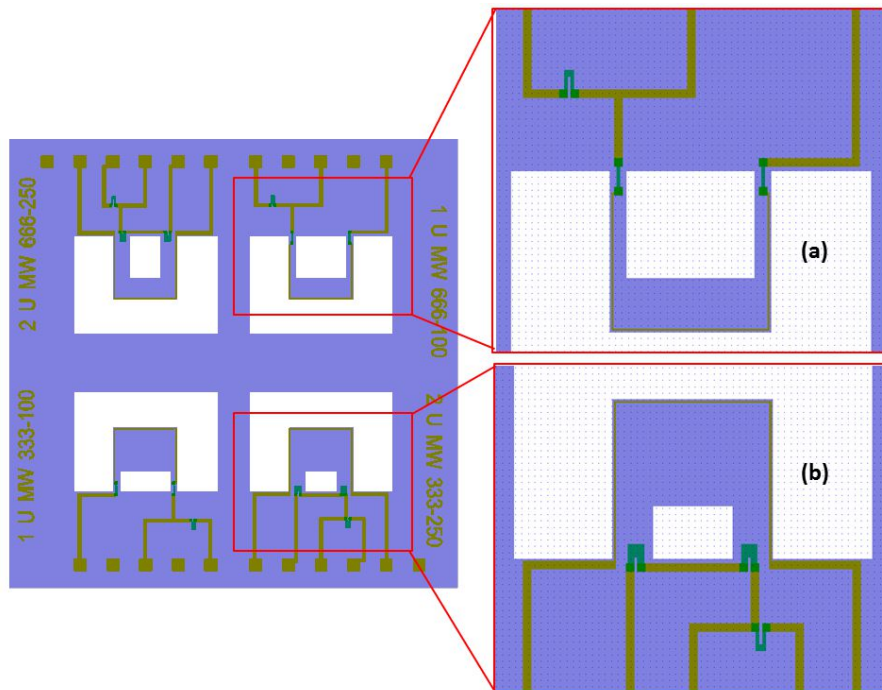
Pour les mêmes raisons que pour les poutres en forme de T, les deux géométries parallélépipédiques A MW et A MM sont sélectionnées pour le dimensionnement des poutres en forme de U. Leurs dimensions et références sont mentionnées dans le *Tab.A.4*. Les notations des dimensions ainsi que la géométrie de la poutre en U sont présentées dans la *Fig.A.6*. Les *Figs.A.7-8* montrent deux puces contenant chacune quatre micropoutres de dimensions différentes : 1/2 U MW x-x et 1/2 T MM x-x.

**Tableau A.4 :** Dimensions et références des micropoutres en forme de U. Les notations MW et MM correspondent aux mêmes dimensions (respectivement  $L = b = 1000\mu\text{m}$ ,  $L = 1000\mu\text{m}$  et  $b = 500\mu\text{m}$ ) que celles des poutres A MW et A MM du *Tab.A.2*. Les épaisseurs ( $h$ ) sont de  $5\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$ .

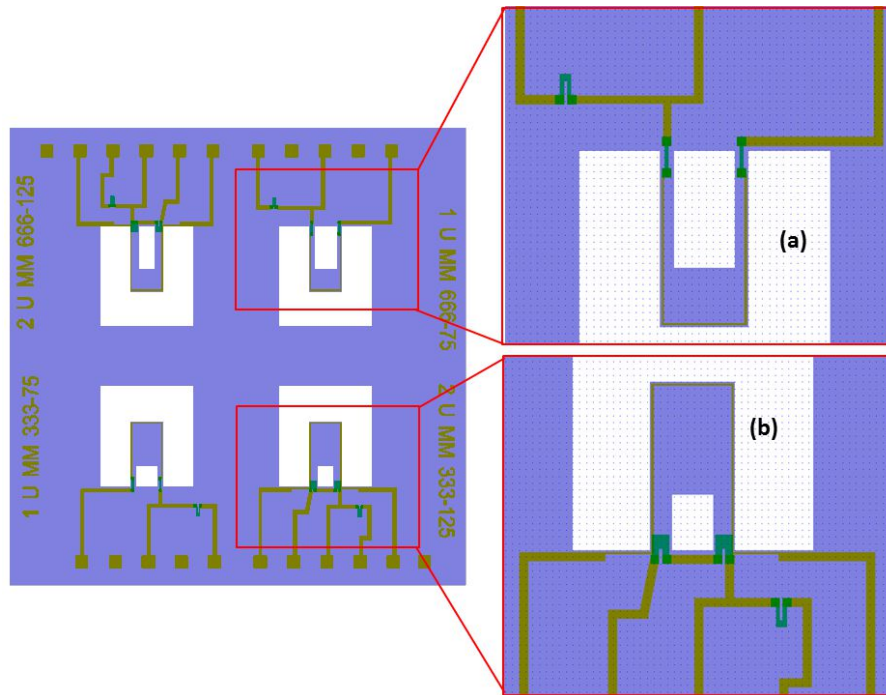
Référence	$L_{leg}$	$b_{leg}$
2 MW U	333 ( $L/3$ )	250 ( $b/4$ )
1 MW U	333 ( $L/3$ )	100 ( $b/10$ )
2 MW U	666 ( $2L/3$ )	250 ( $b/4$ )
1 MW U	666 ( $2L/3$ )	100 ( $b/10$ )
2 MM U	666 ( $2L/3$ )	12 ( $5 b/4$ )
1 MM U	666 ( $2L/3$ )	75 ( $3b/20$ )
2 MM U	333 ( $L/3$ )	125 ( $b/4$ )
1 MM U	333 ( $L/3$ )	17 ( $3b/20$ )



**Figure A.6 :** Géométrie et dimension de la poutre en forme de T. Les dimensions  $L$ ,  $b$ ,  $L_{leg}$  et  $b_{leg}$  correspondent respectivement à la longueur totale, la largeur totale, la longueur du pied et la largeur du pied.



**Figure A.7 :** Puce ( $7 \times 7 \text{ mm}^2$ ) contenant quatre micropoutres en forme de U (1/2 U MW x-x) avec un actionnement électromagnétique et une détection piézorésistive séparés et combinés. Les piézorésistances à l'encastrement sont de type  $R_2$  et  $R_3$  (*Fig.A.1.a*).



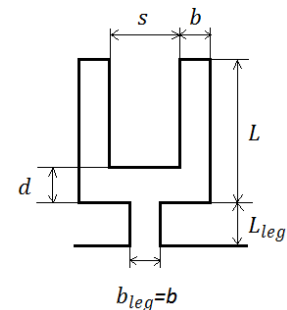
**Figure A.8 :** Puce ( $7 \times 7 \text{ mm}^2$ ) contenant quatre micropoutres en forme de U ( $1/2 \text{ T MM x-x}$ ) avec un actionnement électromagnétique et une détection piézorésistive séparés et combinés. Les piézorésistances à l'encastrement sont de type  $R_2$  et  $R_3$  (Fig.A.1.a).

## A.6 Poutres en diapason (Y)

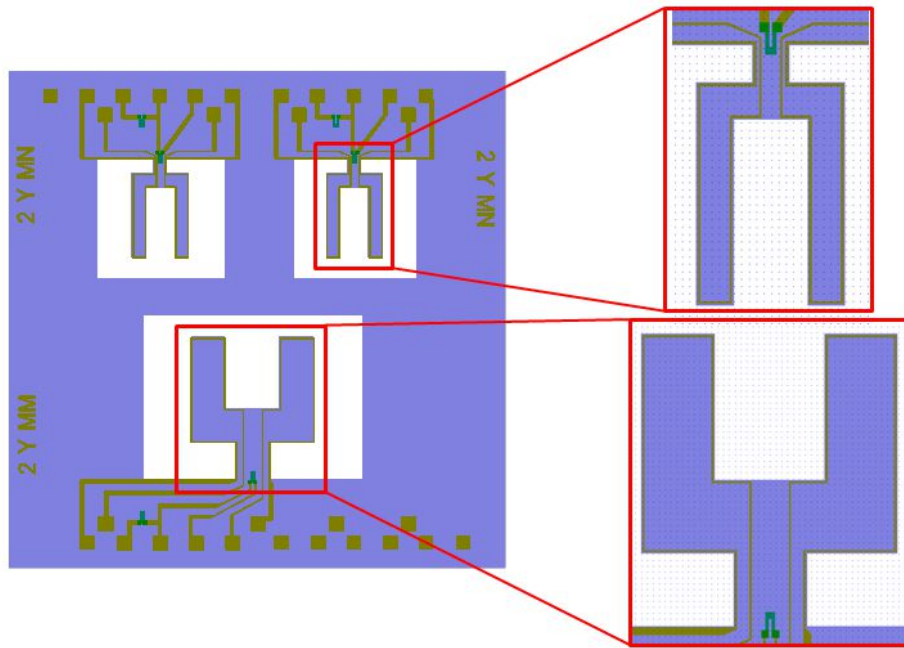
Les deux poutres parallélépipédiques A MN et A MM sont sélectionnées pour le dimensionnement des poutres en diapason. Leurs dimensions et références sont mentionnées dans le Tab.A.5. Les notations des dimensions ainsi que la géométrie de la poutre en diapason sont présentées dans la Fig.A.9. La Fig.A.10 montre une puce contenant trois micropoutres en forme de diapason, mais seulement deux sont de dimensions différentes : 2 Y MN (en haut à gauche et à droite) et 2 Y MM (en bas au milieu).

**Tableau A.5 :** Dimensions et références des micropoutres en diapason. Les notations MN et MM correspondent aux mêmes dimensions (respectivement  $L = 1000 \mu\text{m}$  et  $b = 200 \mu\text{m}$ ,  $L = 1000 \mu\text{m}$  et  $b = 500 \mu\text{m}$ ) que celles des poutres A MN et A MM du Tab.A.2. Les épaisseurs ( $h$ ) sont de  $5 \mu\text{m}$  et  $10 \mu\text{m}$ .

Référence	$b$	$d = L_{\text{leg}} = b_{\text{leg}} = b$	$s$
2 Y MN	$L/5$	$200 (L/5)$	400
2 Y MM	$L/2$	$500 (L/2)$	750



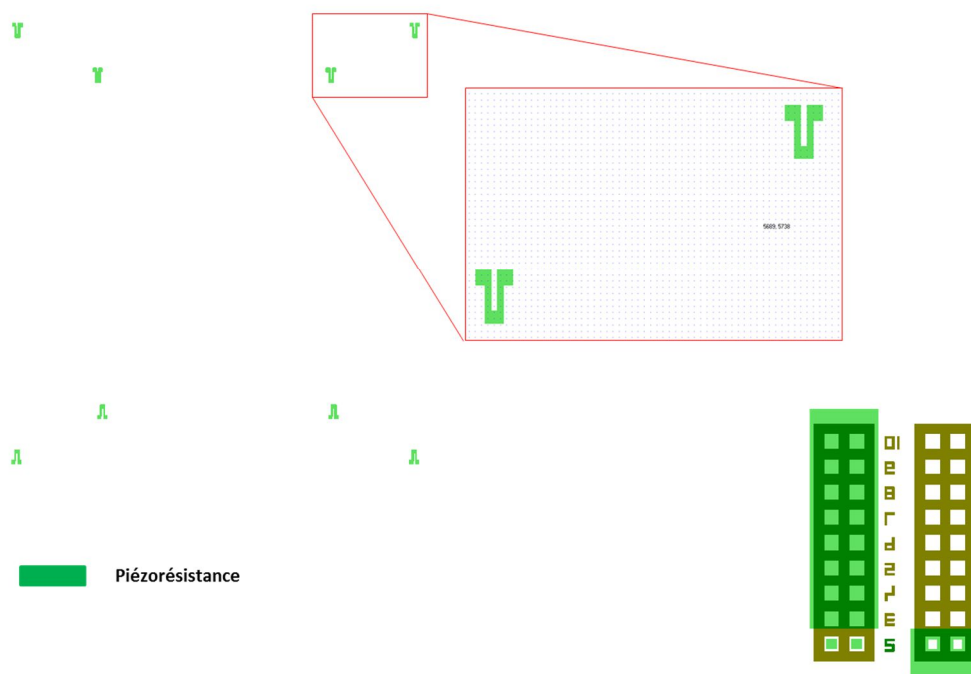
**Figure A.9 :** Géométrie et dimension de la poutre diapason. Les dimensions  $L$ ,  $b$ ,  $L_{\text{leg}}$ ,  $b_{\text{leg}}$ ,  $d$  et  $s$  correspondent respectivement à la longueur totale, la largeur totale, la longueur du pied, la largeur du pied, la longueur du support et l'espacement entre les deux bras.



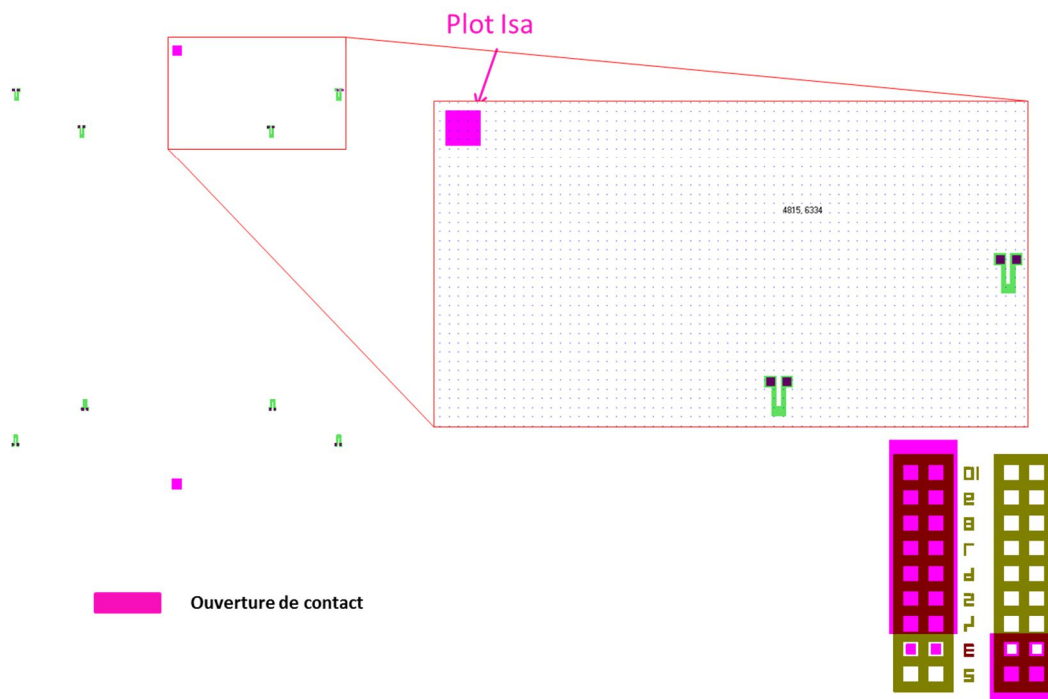
**Figure A.10 :** Puce (7x7mm<sup>2</sup>) contenant trois micropoutres diapason (2 Y MN et 2 Y MM) avec un actionnement électromagnétique et une détection piézorésistive séparés. Les résistances à l'encastrement sont de type  $R_f$  (Fig.A.1.a). Deux pistes d'actionnement entourent les deux bras des diapasons, ce qui permettra d'actionner en phase ou en opposition de phase.

## Annexe B : Les masques du Lot n°1

### #1 : Fabrication des piézorésistances => dopage local du silicium (type p)

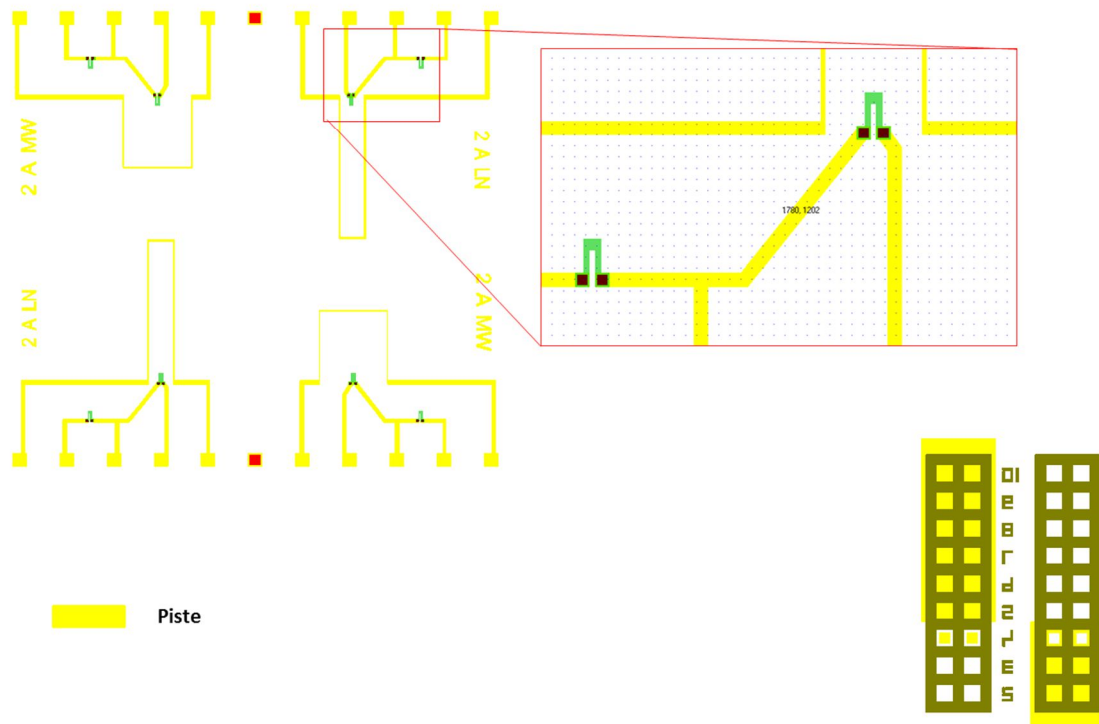


### #2 : Une couche de passivation est ajoutée sur tout le wafer pour isoler les piézorésistances => ouverture des contacts

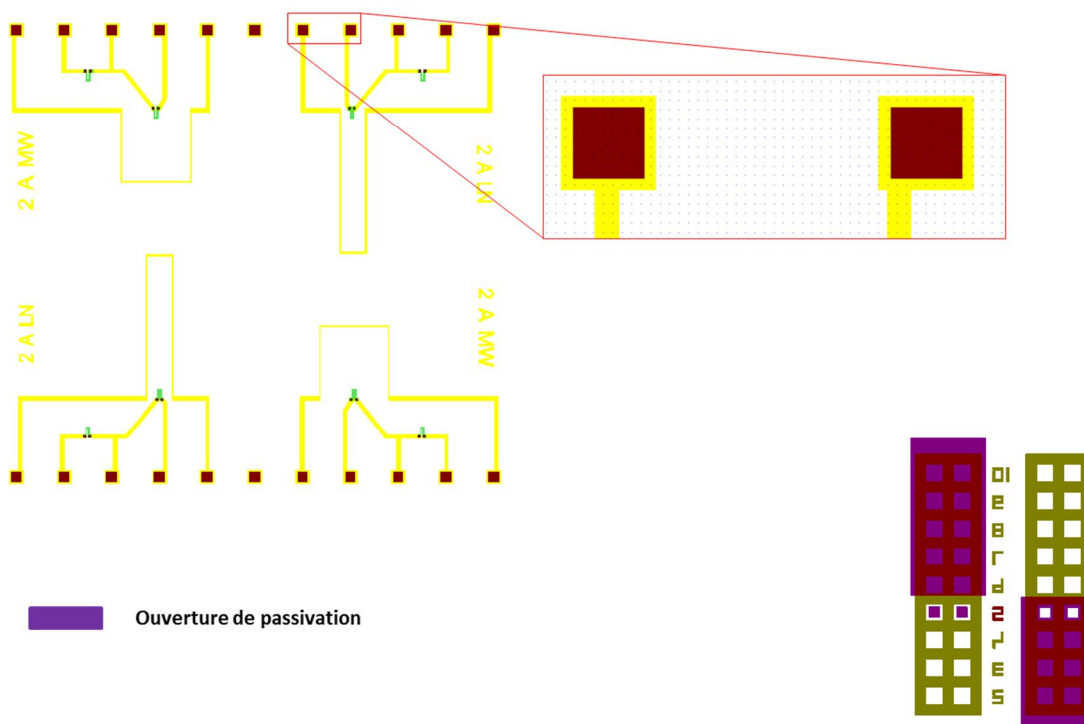




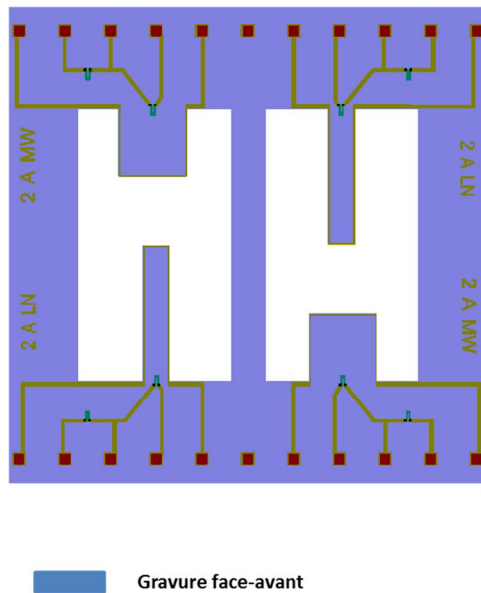
**#3 : Les piézorésistances et les plots Isa étant accessibles => traçage des pistes et des plots de connexion (métallisation)**



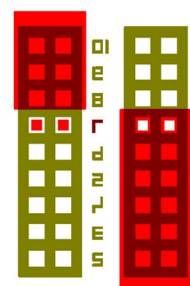
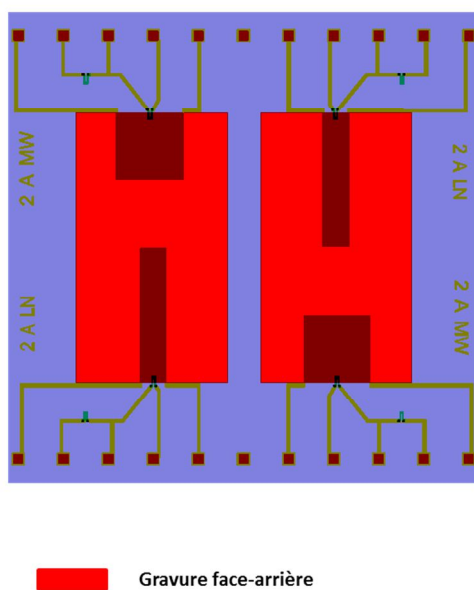
**#4 : Une couche de passivation est ajoutée sur tout le wafer pour isoler les pistes conductrices => activation des plots de connexion**



## #5 : Gravure des structures et des puces => gravure face-avant



## #6 : Contrôle d'épaisseur des structures mouvantes => gravure face-arrière et libération des structures





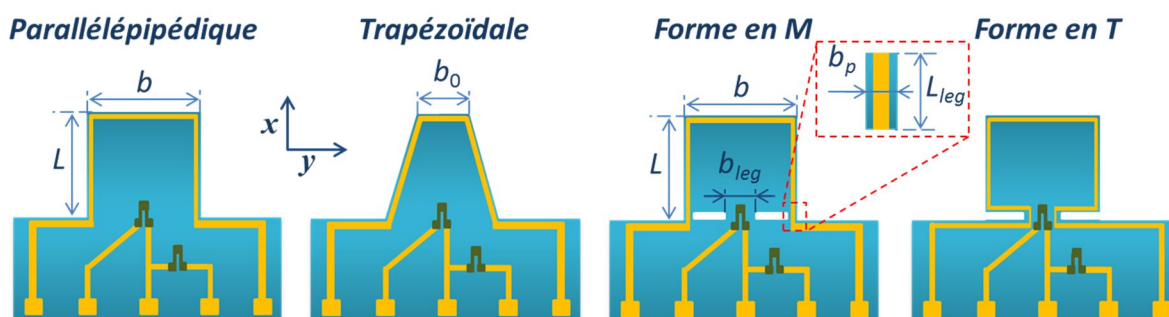
## Annexe C : Conception des capteurs du Lot n°2

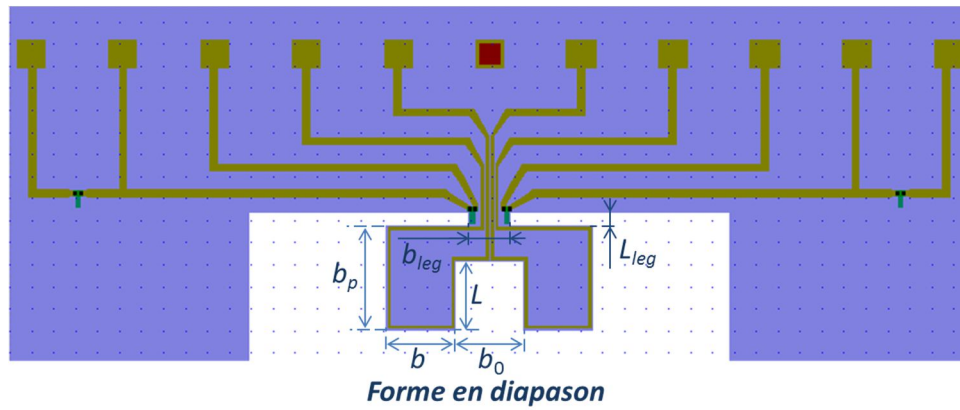
Les règles de dimensionnement des structures et des piézorésistances sont identiques à celle du Lot n°1. Les autres structures dimensionnées et n'ayant pas été présentées dans la partie 4.5 figurent dans le *Tab.C.1*, à savoir, les micropoutres parallélépipédiques A3, A4 et la micropoutre diapason YA0. Comme on peut le constater sur ce tableau, les poutres A3 est deux fois plus petite que la poutre A4 et toutes les deux ont des longueurs cinq fois plus grandes leurs largeurs ( $L = 5b$ ).

Les dimensions de la géométrie diapason sont d'abord basée sur la structure A0, d'où le nom de YA0 (Y pour la forme du diapason et A0 pour la géométrie A0). En effet, les dimensions  $b$  et  $L$  de cette structure correspondent exactement à celle de la structure A0 (*Tab.C.1* et *Fig.C.1*). La dimension  $b_0$  a été fixée à  $500\mu\text{m}$ , tandis que les autres dimensions ( $b_p$ ,  $L_{leg}$  et  $b_{leg}$ ) ont été choisies de manière à avoir de grandes déformations à l'encastrement (contraintes mécaniques longitudinales) en faisant des simulations sous COMSOL en mode de flexion hors plan symétrique et antisymétrique (mouvement asymétrique des deux bras du diapason). Les résultats de cette simulation ont montré aussi que ces deux derniers modes ne peuvent être détectés que si les piézorésistances sont placées aux bords de l'encastrement comme on peut le voir sur la *Fig.C.2*. D'autre part, deux pistes d'actionnement séparées sont dédiées à chaque bras du diapason afin de permettre l'actionnement.

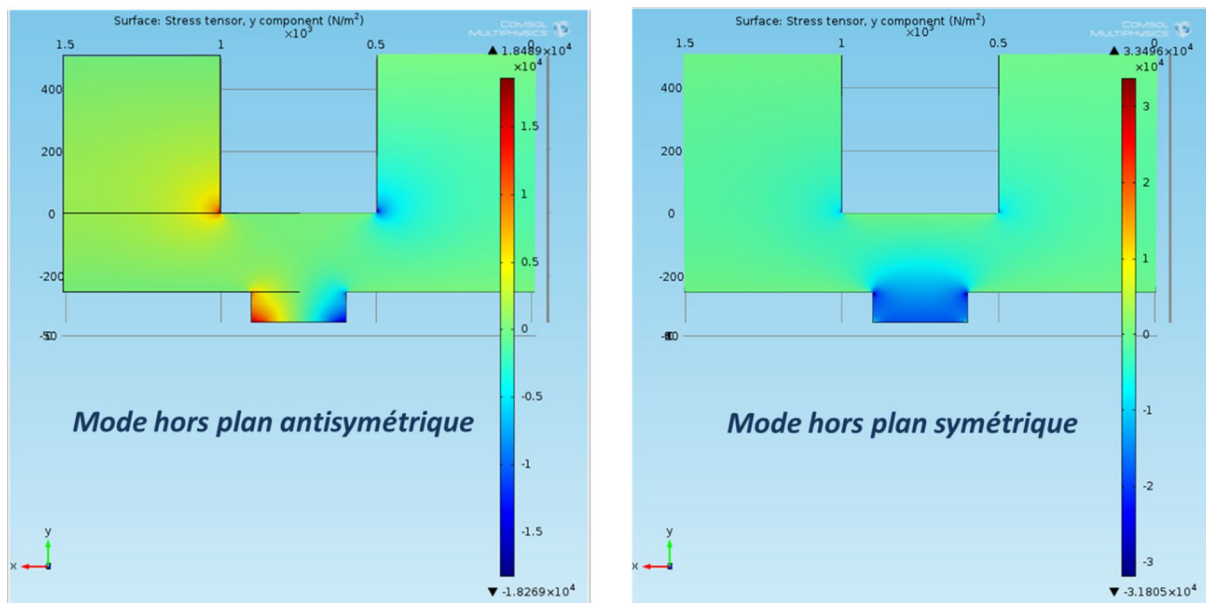
**Tableau C.1 : Différentes structures du Lot n°2.**

Nominations		Dimensions ( $\mu\text{m}$ )					
Géométries	Forme	$L$	$b$	$b_0$	$L_{leg}$	$b_{leg}$	$b_p$
A0 et TR0	SQR	500	500	250	-	-	-
	REC	250	500	250	-	-	-
A1 et TR1	SQR	1000	1000	500	-	-	-
	REC	500	1000	500	-	-	-
M0 et T0	SQR	500	500	-	30	100	50
	REC	250	500	-	30	100	50
M1 et T1	SQR	1000	1000	-	30	200	50
	REC	500	1000	-	30	200	50
A3	-	1000	200	-	-	-	-
A4	-	2000	400	-	-	-	-
YA0	-	500	500	500	100	300	750





**Figure C.1** : Différentes géométries du Lot n°2.



**Figure C.2** : Simulation sous COMSOL des contraintes mécanique longitudinales (suivant l'axe y) de la structure diapason YA0 en mode hors plan symétrique et antisymétrique.

La fabrication des structures du Lot n°2 a suivi exactement les mêmes étapes que celle de la fabrication de Lot n°1 (partie 3.5). Seule une étape supplémentaire a été réalisée sur ce nouveau lot, il s'agit du dépôt d'une couche de palladium sur une structure sur deux. Un masque dédié a donc été réalisé qui couvre juste les poutres à fonctionnaliser comme on peut le voir sur la Fig.C.3.

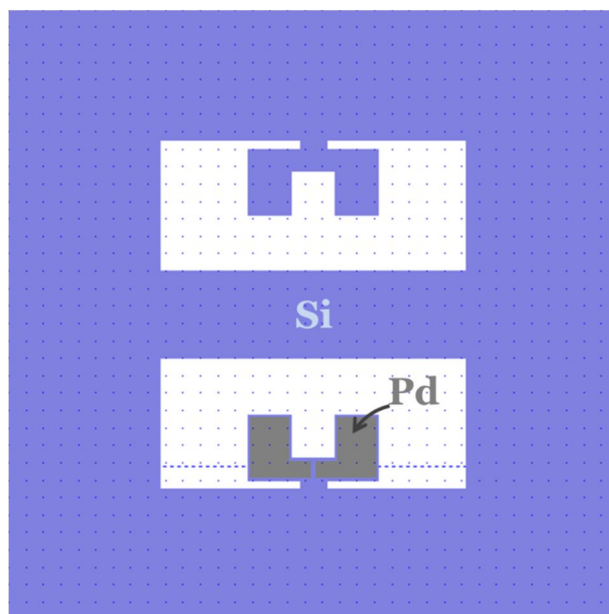
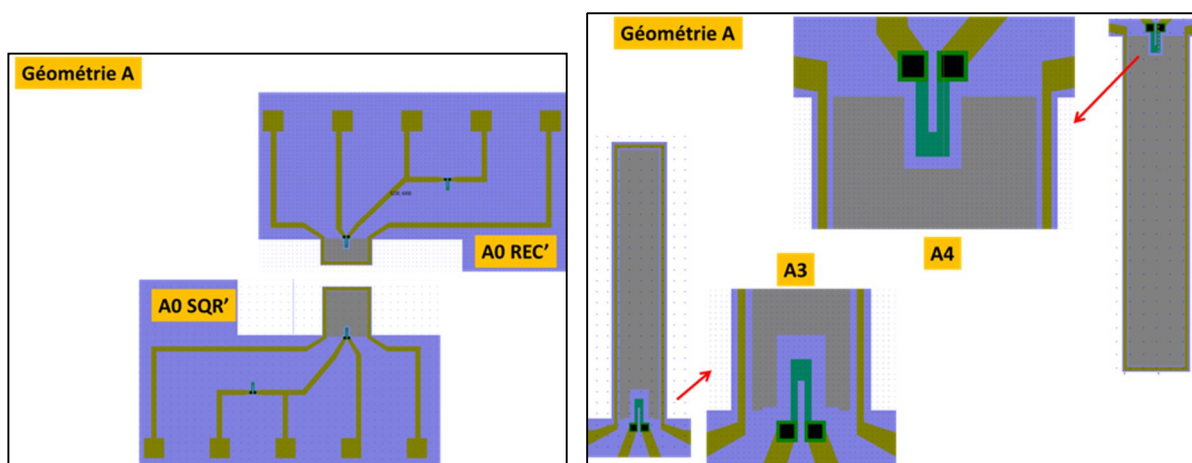


Figure C.3 : Masque pour le dépôt du palladium sur les structures.

Dans la *Fig.C.4*, des exemples de micropoutres du nouveau lot sont présentées en images. A noter que les règles de dimensionnement sont restées quasiment les mêmes que celles du Lot n°1. La largeur des pistes d'actionnement a été augmentée pour permettre le passage de courants plus intenses. Aussi, les espacements entre les pistes conductrices et les bords du silicium est de 10µm minimum et la couche de Pd est toujours distance de 10µm des conducteurs de courant (pistes et piézorésistance).



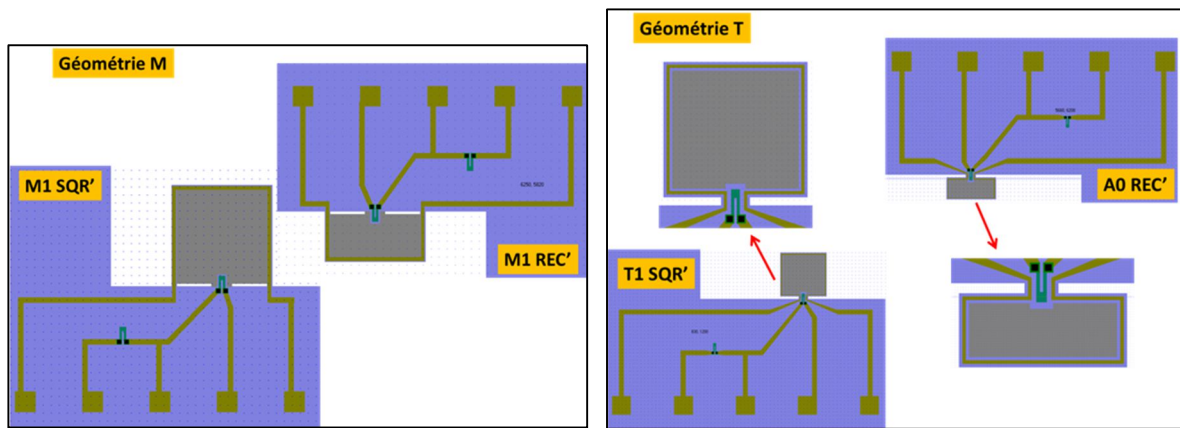


Figure C.4 : Exemples de structures du Lot n°2.